UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
DOUTORADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

ORLEY MAGALHÃES DE OLIVEIRA

UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA CERÂMICA PARA
OBTENÇÃO DE NOVOS PRODUTOS CERÂMICOS

ORIENTADOR: PROF. DR. FRANCISCO ROLANDO VALENZUELA
DÍAZ

São Paulo

2016

ORLEY MAGALHÃES DE OLIVEIRA

UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA CERÂMICA PARA
OBTENÇÃO DE NOVOS PRODUTOS CERÂMICOS

Tese apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do Título de
Doutor em Ciências

Área de concentração:
Engenharia e Metalúrgica
e de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Francisco
Rolando Valenzuela Diaz.

São Paulo

2016

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação a versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Oliveira, Orley Magalhães de
UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA CERÂMICA PARA OBTENÇÃO
DE NOVOS PRODUTOS CERÂMICOS / O. M. Oliveira – versão corr. – São
Paulo, 2016.
119 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Materiais Cerâmicos I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

A Deus, mãe, esposa e filhos.

Agradecimentos

A Deus, autor e consumidor de minha fé, que sempre esteve comigo em todos os momentos, abrindo portas, utilizando de sua soberania para fazer com que eu não desistisse e realizando todos os impossíveis.

Ao meu orientador o Professor Dr. Francisco Rolando Valenzuela Diaz pelo apoio total a realização deste trabalho, fazendo com que eu tivesse a oportunidade de aprender mais sobre os materiais cerâmicos, através de suas aulas, orientações e correções. A Dr.^a Maria das Graças da Silva Valenzuela pela grande ajuda, dedicação e companheirismo.

Aos técnicos do Laboratório de Materiais Não-Metálicos Pérsio de Souza Santos (LPSS), Valquíria de Fátima Justo e Wilson da Silva Maia pela contribuição à realização das atividades nos laboratórios.

Aos Professores e funcionários do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT/EPUSP), na pessoa do Prof. Dr. Samuel Marcio Toffoli e da Sra. Suellen Alves.

A minha Mãe Dulce Abreu Magalhães, que desde sempre acreditou em mim e me deu todos os suportes para que pudesse chegar até aqui.

A minha amada esposa Norma Sandra Vilas Boas Magalhães, que sempre me incentivou, me animou, e jamais deixou que eu desistisse deste sonho.

Aos meus filhos, Flávio Henrique Vilas Boas Magalhães, Ana Luiza Vilas Boas Magalhães e Ester Vilas Boas Magalhães. Eternos amores de minha vida.

Aos meus colegas: Camila Martini Matos, Marcos Surmani, Christiano Giansi Bastos Andrade, Marcos Gonzales Fernandes.

A Universidade Presbiteriana Mackenzie (UPM), por permitir que desenvolvesse alguns dos experimentos de laboratório e aos laboratoristas, Abner Cabral Neto e Maria Liuba Crespo, que tanto nos ajudou.

Ao IFBa – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia.

Aos Professores Dr. Antônio Hortêncio de Munhoz Júnior e Dr. Alexandre Romildo Zandonardi, pelo apoio e orientações tão valorosas.

A todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

“Tudo posso naquele que me Fortalece.”

Filipenses 4:13

RESUMO

Desde os primórdios da história da humanidade que se tem registro a argila é utilizada como matéria-prima para produção de vários utensílios como potes para armazenamento d'água, vasos, pratos, estátuas, e utilizada também para a confecção de tijolos e telhas para construções. Como material de construção os blocos e as telhas são até os dias de hoje, muito utilizados e existindo assim várias olarias ou Indústrias Cerâmicas que fabricam estes produtos. Nestas Indústrias, quando os blocos ou telhas não são queimados corretamente, ou seja, quando não adquirem uma coloração desejada ou quando apresentam pequenos defeitos como: planicidade informe ou pequenas fissuras; os mesmos são geralmente descartados na natureza, gerando assim um passivo ambiental considerável. Neste trabalho utilizou-se desses resíduos ou rejeitos da Indústria Cerâmica para obtenção de um novo produto cerâmico que contenha estes resíduos. Através de caracterização da argila e do rejeito, utilizando-se ensaios físicos e químicos, bem com a conformação de corpos de prova com diferentes percentagens, encontrou-se um percentual de 5 a 10% de utilização do rejeito para a obtenção de um novo produto cerâmico a partir destas misturas. Este novo produto proporcionará economia na utilização da matéria-prima, a utilização destes rejeitos e consequentemente uma redução na agressão a natureza.

Palavras-chave: Resíduos, Indústria Cerâmica, Produtos Cerâmicos.

ABSTRACT

Since the dawn of human history that clays are used as raw material for production of various utensils like pots for water storage, vases, plates, statues, and also used for making bricks and tiles for buildings. As a building material blocks and tiles are to this day, widely used and so there are several potteries and ceramics industries that manufacture these products. In these industries, when the blocks or tiles are not burned correctly, i.e. when not acquire a desired coloring or when they have small defects such as cracks or small flatness; they are usually discarded in nature, thus generating a considerable environmental liabilities. In this work we used such wastes to obtain a new ceramic product containing these residues. Through characterization of the clay and the waste, using physical and chemical testing, as well as the conformation of specimens with different percentages it was found that a percentage of 5 to 10% utilization of the waste obtains a new ceramic product. This new product will provide economic use of raw materials with the use of waste and consequently a reduction in aggression nature.

Keywords: Waste, Industry Ceramics, Ceramic Products.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Mapa da região sudoeste da Bahia	25
Figura 2: Representação esquemática do ensaio de flexão em 3 pontos	41
Figura 3: Aparelho de Casagrande.....	45
Figura 4: Ensaio de limite de plasticidade	45
Figura 5: Representação esquemática da Lei de Bragg	48
Figura 6: Gráfico de Difratoograma do quartzo	49
Figura 7: Desenho do Espectrofotômetro de absorção atômica	50
Figura 8: Esquema de um monocromador	52
Figura 9: Corpo de Prova de argila queimado a 950°	63
Figura 10: Forno para queima	64
Figura 11: Corpos de prova de argila após conformação	65
Figura 12: Corpos de prova de argila após sinterização	65
Figura 13: Ensaio de flexão em 3 pontos	66
Figura 14: Pesagem hidrostática dos corpos de prova	67
Figura 15 Extrusora para corpos de prova cerâmicos	68
Figura 16: Corpos de prova cerâmicos extrudados	69
Figura 17: Corpos de prova cerâmicos extrudados e queimados	69
Figura 18: Equipamento de análises térmicas	70
Figura 19: Distribuição granulométrica da argila	82
Figura 20: Classificação da argila	83
Figura 21: TG e DTA da argila natural	88
Figura 22: TG e DTA do rejeito de cerâmica vermelha	89
Figura 23: Curva de difração de raios x da argila natural	90
Figura 24: Curva de difração de raios x do rejeito cerâmica vermelha	91

	10
Figura 25: MEV da argila	94
Figura 26: EDS da argila	95
Figura 27: MEV da argila 2000 x	96
Figura 28: MEV da argila 1000 x	96
Figura 29: MEV da cerâmica vermelha	97
Figura 30: EDS da cerâmica vermelha	98
Figura 31: MEV da cerâmica vermelha 30 x	97
Figura 32: MEV da cerâmica vermelha 3500 x	97
Figura 33: Microscopia ótica: AM 101 – Argila natural 100x	100
Figura 34: Microscopia ótica: AM 102 – Rejeito 40x	101
Figura 35: Microscopia ótica: AM 103 – CP com 0% de rejeito 100x	101
Figura 36: Microscopia ótica: AM 104 – CP com 5% de rejeito 100x	102
Figura 37: Microscopia ótica: AM 105 – CP com 10% de rejeito 100x	102
Figura 38: Microscopia ótica: AM 106 – CP com 20% de rejeito 100x	103
Figura 39: Microscopia ótica: AM 107 – CP com 30% de rejeito 100x	103
Figura 40: Gráfico de retração linear após queima dos corpos-de-prova prensados ...	106
Figura 41: Gráfico de perda de massa após secagem dos corpos-de-prova prensados	106
Figura 42: Gráfico de perda de massa após queima dos corpos-de-prova prensados ..	107
Figura 43: Gráfico de flexão em três pontos de corpos-de-prova prensados	108
Figura 44: Gráfico de absorção de água de corpos-de-prova prensados	109
Figura 45: Gráfico de limite de plasticidade dos corpos-de-prova prensados	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Resultados dos corpos de prova com 0% de rejeito	73
Tabela 2: Resultados dos corpos de prova com 5% de rejeito	74
Tabela 3: Resultados dos corpos de prova com 10% de rejeito	75
Tabela 4: Resultados dos corpos de prova com 20% de rejeito	76
Tabela 5: Resultados dos corpos de prova com 30% de rejeito	77
Tabela 6: Resultados dos corpos de prova com 0% de rejeito para flexão	77
Tabela 7: Resultados dos corpos de prova com 5% de rejeito para flexão	78
Tabela 8: Resultados dos corpos de prova com 10% de rejeito para flexão	78
Tabela 9: Resultados dos corpos de prova com 20% de rejeito para flexão	79
Tabela 10: Resultados dos corpos de prova com 30% de rejeito para flexão	79
Tabela 11: Resultados dos corpos de prova com 0% de rejeito para absorção.....	80
Tabela 12: Resultados dos corpos de prova com 5% de rejeito para absorção.....	80
Tabela 13: Resultados dos corpos de prova com 10% de rejeito para absorção.....	80
Tabela 14: Resultados dos corpos de prova com 20% de rejeito para absorção.....	81
Tabela 15: Resultados dos corpos de prova com 30% de rejeito para absorção.....	81
Tabela 16: Variação de peso e retração após a secagem a 110°C	83
Tabela 17: Variação de peso e retração após a queima a 950°C	84
Tabela 18: Tensão de ruptura a 110°C	85
Tabela 19: Tensão de ruptura a 950°C	86
Tabela 20: Porosidade aparente e absorção de água a 950°C	87
Tabela 21: DRX, Argila natural	90
Tabela 22: DRX, Rejeito cerâmica vermelha.....	91
Tabela 23: FRX, Argila natural	92

Tabela 24: FRX, Rejeito cerâmica vermelha.....	93
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Absorção de Água
AAS	Espectrofotometria de Absorção Atômica
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	ASTM International
CBPM	Companhia Baiana de Pesquisa Mineral
CP	Corpo de Prova
DRX	Difração de Raios X
DSC	Análise Calorimetria Diferencial de Varredura
DTA	Análise Térmica Diferencial
EDS	Espectroscopia por Energia Dispersiva
F _{máx}	Força máxima
FRX	Fluorescência de Raios X
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IFBa	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia.
LL	Limite de Liquidez
LP	Limite de Plasticidade
LPSS	Laboratório de Materiais Não-Metálicos Pêrsio de Souza Santos
MEA	Massa Específica Aparente
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mr	Momento de ruptura
NBR	Norma Brasileira Registrada
PA	Porosidade Aparente
PF	Perda ao Fogo

PMT/EPUSP Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Tf	Tonelada força
TG	Análise Termogavimétrica
UPM	Universidade Presbiteriana Mackenzie
USP	Universidade de São Paulo
σ_{rf}	Tensão de ruptura à flexão

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	20
1.1. Introdução	20
1.2. Objetivos	22
1.2.1 Objetivo Geral	22
1.2.2 Objetivos Específicos	22
2. JUSTIFICATIVA E METODOLOGIA	24
2.1 Justificativa	24
2.2 Metodologia	26
3. REVISÃO DA LITERATURA	28
3.1 Introdução	28
3.1.1 Cerâmica	28
3.1.2 Preparação das matérias-primas	31
3.1.3 Conformação	31
3.1.4 Processamento térmico	31
3.1.5 Acabamento	31
3.1.6 Classificação dos produtos cerâmicos	32
3.2 Materiais Cerâmicos	36
3.2.1 Argilas e argilominerais	37
3.3 Caracterização de Materiais	38
3.3.1 Ensaios mecânicos	39
3.3.1.1 Ensaio de retração linear	39
3.3.1.2 Ensaio de tração	40
3.3.1.3 Ensaio de flexão em três pontos	40
3.3.1.4 Ensaio de porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente	42
3.3.1.5 Ensaio de Limites de Consistência	43

	16
3.3.1.6 Ensaio de extrusão de corpos de prova	45
3.3.2 Ensaios térmicos	46
3.3.3 Análise térmicas	46
3.3.3.1 Análise termogravimétrica	46
3.3.3.2. Análise Térmica Diferencial	47
3.3.4 Difração de raios X	47
3.3.5 Ensaio de absorção Atômica	49
3.3.6 Microscopia Eletrônica de varredura	52
3.3.7 Microscopia Ótica	52
3.4 Incorporação de resíduos em Cerâmicas Vermelhas	53
3.4.1 Incorporação de produtos agroindustriais	53
3.4.1.1 Utilização da cinza da casca de café	53
3.4.1.2 Utilização da cinza da casca de arroz	54
3.4.1.3 Utilização da cinza do bagaço da Cana de açúcar	55
3.4.2 Incorporação de resíduos industriais	56
3.4.2.1 Utilização do resíduo de granito	56
3.4.2.2 Utilização de escória de aciaria	56
3.4.3 Incorporação de resíduos da construção civil	57
3.4.3.1 Utilização de resíduos de construção	57
3.4.4 Incorporações diversas	58
3.4.4.1 Utilização de resíduos de rocha	58
3.4.4.2 Utilização de cascalho sintético	58
3.4.4.3 Utilização de resíduos sólidos industriais e agrícolas	59
3.4.4.4 Produção de tijolos de resíduos	60
4. MÉTODOS E MATERIAIS	62
4.1 Materiais utilizados	62
4.2 Métodos	62

	17
4.2.1 Obtenção das amostras naturais	62
4.2.2 Preparação das amostras naturais e dos resíduos	62
4.2.3 Preparação dos corpos de prova	63
4.2.4 Secagem e queima dos corpos de prova	63
4.2.5 Caracterização dos corpos de prova	64
4.2.5.1 Ensaio de retração na queima nos corpos de prova durante a sinterização	64
4.2.5.2 Ensaio de flexão em três pontos	65
4.2.5.3 Ensaio de absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente	66
4.2.5.4 Ensaio de limites de consistência	67
4.2.5.5 Extrusão de corpos de prova	67
4.2.5.6 Análises térmicas	70
4.2.5.7 Difração de raios X	70
4.2.5.8 Ensaio de absorção atômica	70
4.2.5.9 Microscopia eletrônica de varredura	71
4.2.5.10 Microscopia ótica	71
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
5.1 Retração na queima nos corpos de prova durante a queima	73
5.2 Flexão em 3 pontos	78
5.3 Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente	80
5.4 Granulometria da Argila	82
5.5 Limites de Consistência	83
5.6 Corpos de prova extrudados com a argila natural com 10% de rejeito	83
5.6.1 Variação de peso e retração após a secagem	84
5.6.2 Variação de peso e retração após a sinterização ou queima	85
5.6.3 Determinação da Tensão de ruptura	85
5.6.4 Determinação da Porosidade aparente e a absorção de água	87

	18
5.7 Análises térmicas	88
5.7.1 TG e DTA da argila natural	88
5.7.2 TG e DTA do rejeito Cerâmica Vermelha	89
5.8 Difração de raios X	89
5.8.1 Argila natural	90
5.8.2 DRX do rejeito cerâmica vermelha	91
5.9 Análise Química	92
5.9.1 Análise Química da argila natural	92
5.9.2 Análise Química do rejeito cerâmica vermelha	93
5.10 Absorção atômica	93
5.11 Microscopia eletrônica de varredura	94
5.12 Microscopia ótica	100
6. ANÁLISE DOS RESULTADOS	105
6.1 Retração na queima nos corpos de prova durante a sinterização	105
6.2 Flexão em 3 pontos	107
6.3 Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente	108
6.4 Limites de consistência	109
6.5 Extrusão dos corpos de prova	110
6.6 Análise térmica e química	110
6.7 Microscopia eletrônica de varredura	110
6.8 Microscopia Ótica	111
7. CONCLUSÃO	113
8. REFERÊNCIAS DA LITERATURA	115

Capítulo 1.

Introdução e

Objetivo

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1 Introdução

A matéria-prima básica para os produtos de cerâmica tradicional e a argila, material encontrado abundantemente na natureza, os artefatos cerâmicos são tão antigos que quase se equipara com a descoberta do fogo. A cerâmica é utilizada ao longo da história e até o final do século XIX ela vinha sendo usada com métodos artesanais para a obtenção de vários objetos de uso doméstico ou decorativo, de uso na construção civil e industrial, e eram produzidos manualmente e com excelente padrão de qualidade. No século XXI, acompanhando a evolução industrial, a indústria cerâmica adotou a produção em massa, na qual são de fundamental importância o conhecimento e controle das matérias-primas, dos produtos e dos processos. Em termos de evolução técnico-científica, a cerâmica pode ser dividida em três períodos:

O primeiro período é denominado período keramos (do grego, sólido sintetizado ou queimado) e abrange o período dos tempos pré-históricos até cerca de 1900. Neste período, típico de atividade agrícola ou artesanal, as peças eram obtidas a partir de matérias-primas naturais e eram queimadas em fornos rudimentares. Toda a tecnologia era baseada na experiência de fabricação de cerâmica artesanal transmitida entre indivíduos.

O segundo período, denominado período industrial dos silicatos (de cerca de 1900 a 1940) abrangem produtos cerâmicos fabricados em escala industrial a partir de matérias-primas naturais. Outros produtos industriais como vidro, o cimento e refratários começam a ser produzidos industrialmente, com tecnologia experimental. A ciência estudava o que já se tinha obtido na prática.

No terceiro período, denominado período de cerâmica avançada ou cerâmica de alta tecnologia (por volta de 1940 em diante), desenvolveu-se rapidamente a Ciência dos Materiais, na qual são estudadas a composição e a estrutura das substâncias, assim como as causas das propriedades. Neste período, a Ciência está se antecipando a prática, prevendo, calculando reações e obtendo produtos com as propriedades desejadas.

Devido ao enfoque histórico e à grande diferença tecnológica entre os produtos obtidos empiricamente e os produtos obtidos mediante aplicação da Ciência, hoje em dia, há uma tendência em dividir a Cerâmica em dois grandes grupos: a Cerâmica Tradicional e a Cerâmica de Alta Tecnologia.

Existe atualmente um grande número de indústrias de produtos cerâmicos no Brasil. Com o crescimento da economia a indústria da construção civil está operando a pleno vapor. O deficit habitacional, o crescimento, o surgimento de novas empresas e a indústria crescendo, são fatores que fazem com que haja a necessidade de fabricação de materiais cerâmicos para atender a essa grande demanda, e que haja também investimento na pesquisa de novos produtos.

Para que essas Indústrias funcionem é necessário o suprimento de matéria prima que é a argila, material esse que é encontrado abundantemente na natureza, mas que precisa ser devidamente caracterizado antes de sua aplicação na fabricação de produtos cerâmicos. Devido a essa necessidade, as investigações no campo de estudo das argilas despertam especial interesse e crescem a cada ano.

Nos últimos anos o surgimento de uma série de novos materiais faz da área de pesquisa e desenvolvimento de materiais uma das mais importantes para que se obtenha uma boa relação custo *versus* benefício no que diz respeito aos materiais e suas aplicações. Tendo em vista que grande parte dos processos de produção já estão consolidados, o desafio tecnológico consiste no desenvolvimento de materiais ainda mais sofisticados e especializados, bem como considerações em relação ao impacto ambiental da produção dos materiais (CALLISTER, 2002).

O conhecimento das propriedades dos materiais, das técnicas de caracterização e de processamento permite a produção de materiais mais especializados, os chamados materiais de engenharia. Quando a questão dos materiais de engenharia é abordada, entende-se que, tão importante quanto o aspecto financeiro dos custos de uma determinada solução, as propriedades de um material (sejam próprias ou melhoradas) são decisivas na escolha para uma determinada aplicação.

Nas Indústria Cerâmicas tradicionais que produzem blocos ou tijolos e telhas de cerâmica vermelha, existe uma grande quantidade de resíduos ou rejeitos destes produtos que são descartados porque: não ficaram bem “queimados” e apresentam aspecto ou cor avermelhada não uniforme; apresentam tricas ou rachaduras; fraturaram-se durante o processo de fabricação ou transporte dos mesmos. Como estes produtos não são comerciáveis, eles são descartados na natureza em imensos depósitos nas Indústrias Cerâmicas.

Este trabalho caracterizou uma argila encontrada na região de Vitória da Conquista no Sudoeste da Bahia e um resíduo da indústria cerâmica que é descartado na natureza. A argila com a adição do resíduo forma um novo produto cerâmico.

1.2. Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Incorporar produtos de cerâmica vermelha queimados que são descartados nas indústrias Cerâmica para fabricação de novos produtos Cerâmicos.

1.2.2 Objetivos Específicos

Caracterizar o resíduo de cerâmica queimada de uma indústria de cerâmica vermelha localizada em Vitória da Conquista, BA e a argila utilizada nessa indústria e, por meio do estudo de diversas misturas resíduo-argila, determinar uma mistura que possa gerar novos produtos cerâmicos, mantendo as propriedades e qualidades dos produtos normalmente fabricados sem resíduo.

Capitulo 2.

Justificativa e

Metodologia

2. JUSTIFICATIVA E METODOLOGIA

2.1 Justificativa

Nas civilizações primitivas, o homem empregava os materiais assim como os encontrava na natureza; não os trabalhava. Não demorou muito, porém, para que começasse a aprender a modelá-los e adaptá-los às suas necessidades. A partir daí a evolução se deu a passos lentos. Até a época dos grandes descobrimentos, a técnica se resumia em modelar os materiais encontrados, os quais eram poucos, tendo quase sempre o mesmo emprego. Na construção predominavam a pedra, a madeira e o barro. Os metais eram empregados em menor escala, e, ainda menos, os couros e as fibras vegetais. (Falcão Bauer, L.A. 2005)

Com o passar dos tempos as necessidades do homem foram aumentando, e conseqüentemente, os padrões exigidos ficaram mais rígidos. Ele passou a demandar materiais cada vez mais específicos em trabalhabilidade, resistência, durabilidade e melhor aparência do que aqueles até então empregados. Daí os estudos em materiais argilosos tornaram-se cada vez mais necessários.

As argilas têm grande importância nas prospecções geológicas, em agricultura, em mecânica dos solos e em grande número de indústrias, como, por exemplo, metalúrgica, de petróleo, de borracha, de papel e de cerâmica. Sempre houve certo interesse no estudo das argilas, mas apenas no decorrer dos últimos cinquenta anos que meios adequados de pesquisa científica tornaram possível seu estudo mais aprofundado. Desde 1925, muitos estudos têm sido realizados sobre a composição, a estrutura e as propriedades fundamentais dos constituintes das argilas e solos; têm sido estudadas as formas de ocorrência e a gênese das várias formas de argilas, dos solos e dos depósitos de interesse industrial e, em especial a relação do argilomineral ou argilominerais presentes nas argilas com suas propriedades tecnológicas. (SANTOS, P. de S. – 2 ed, 1989).

A massa cerâmica obtida poderá apresentar melhores características de utilização, se forem estudadas as características das argilas que estão entre as matérias-primas empregadas na fabricação de produtos cerâmicos. A pesquisa científica da

composição dos materiais, suas possíveis misturas finais e sua aplicabilidade permitirá alcançar tais características.

Trabalhar as propriedades dos materiais é uma das principais funções do engenheiro de materiais seja através de processamento ou da combinação de propriedades de diferentes materiais. Esta busca pela melhoria das condições de trabalho de um material em cerâmica deve ser obtida através do estudo detalhado das argilas existentes.

Usando os conhecimentos existentes sobre as argilas brasileiras e os conhecimentos científico-tecnológicos internacionais, procura-se mostrar como é possível tentar desenvolver uma tecnologia nacional em torno do aproveitamento e da valorização de nossas matérias-primas visando o máximo a auto-suficiência e a independência nacional. (Santos, 1989)

O Estado da Bahia apresenta uma diversidade de terrenos geológicos que encerram uma expressiva dotação mineral, produzindo cerca de 50 variedades de substâncias minerais, e situa-se entre os mais importantes estados produtores de minerais industriais, ressaltando-se agregados, rochas ornamentais e matérias-primas cerâmicas. (Catálogo de Matérias-Primas – Cerâmicas da Bahia / CBPM)

A argila foi coletada na região Sudoeste da Bahia que abrange 38 municípios e conta com uma população de, aproximadamente, um milhão de habitantes. Vitória da Conquista, com 308.204 habitantes (IBGE 2007), é o centro mais importante da região e a terceira maior cidade do interior baiano. E a cidade de Encruzilhada está a cerca de 90 Km.

Figura 1: Mapa da região sudoeste da Bahia

2.2 Metodologia

Revisões bibliográficas em livros, dissertações, teses, artigos científicos publicados em periódicos, anais de congressos, sites, entre outras bibliografias.

Na parte experimental a argila coletada na região foi caracterizada por meio dos seguintes ensaios: Ensaio de retração na queima nos corpos de prova durante a sinterização; ensaio de flexão em três pontos; ensaio de absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente; ensaios de limites de consistência; extrusão; difração de raios X (DRX); termogravimetria (TG); calorimetria exploratória diferencial (DSC); espectrofotometria de absorção atômica; Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com EDS; e Microscopia Ótica.

Após o processamento e obtenção das alíquotas, foram conformados corpos de prova com mistura de argila e rejeitos da indústria cerâmica, que foram caracterizados por meio de ensaios mecânicos, térmicos, morfológicos, físico-químicos como: absorção de água, ensaio de resistência a flexão em 3 pontos, retração na queima, determinação do limite de liquidez e limite de plasticidade.

Capítulo 3.

Revisão da

Literatura

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 – Introdução

Para uma melhor compreensão dos materiais aqui empregados torna-se necessário o estudo da Cerâmica quanto a preparação de suas matérias primas, da sua conformação, do processamento térmico, do acabamento e da classificação dos produtos cerâmicos.

3.1.1 - Cerâmica

Segundo notas de aula do Professor Dr. Alexandre R. Zandonadi temos que Cerâmica é a arte de fabricar e de usar peças sólidas, as quais têm como componentes essenciais e são constituídas, em grande parte, por materiais inorgânicos não metálicos.

Materiais cerâmicos, ou cerâmicas (no plural), compreendem todos os materiais de emprego em engenharia (materiais de construção de engenharia) ou produtos químicos inorgânicos, com exceção dos metais e suas ligas e que são obtidos, geralmente, pelo tratamento em temperaturas elevadas.

Pode-se dizer que o ceramista trabalha com todo material não metálico insolúvel encontrado na crosta terrestre e com todos os compostos inorgânicos insolúveis e não metálicos que o homem já sintetizou; dessa forma, cerâmica seria um ramo da química inorgânica que trata dos compostos formados em temperaturas elevadas.

Tecnologia cerâmica trata, principalmente, da criação, desenvolvimento, produção, ensaio, avaliação, aplicação e conhecimento dos materiais ou produtos cerâmicos. Mais especificamente da:

- *natureza e comportamento das matérias-primas;
- *estrutura e composição dos materiais cerâmicos;
- *natureza e comportamento dos produtos cerâmicos;
- *utilização prática dos produtos cerâmicos.

Os materiais cerâmicos são fabricados a partir de matérias-primas que incluem:

- matérias-primas naturais, Ex.: argilas, quartzito, caulim, feldspatos, cromita, entre outras;
- matérias-primas beneficiadas, ex.: caulim, zirconita, cromita, argilas, entre outras;

-matérias-primas sintéticas de características controladas, ex.: carbeto de silício (SiC), corundum (Al_2O_3), MgO, nitreto de boro, titanato de bário.

Por meio de um processamento adequado, as propriedades dessas matérias-primas são alteradas em composição química, em estrutura cristalina e no arranjo das diversas fases componentes (textura ou micro-estrutura e na forma externa); geralmente pelo menos em uma das etapas do processamento, os materiais são submetidos a temperaturas elevadas para que as propriedades úteis sejam obtidas.

Exemplos:

- Somente alteração da estrutura cristalina

Quartzo α -----573°C-----> quartzo β

Quartzo β -----870°C-----> tridimita γ

Tridimita γ -----1470°C -----> cristobalita β

Cristobalita β ----1700°C -----> fusão completa

- Alteração da composição química e das estruturas cristalinas

$2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ----- 500°C-----> $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + \uparrow 2\text{H}_2\text{O}$
 Caulinita metacaulinita

$2(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)$ -----925°C-----> $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2 + \text{SiO}_2$
 Metacaulinita espinélio Al:Si

$2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$ -----1100°C-----> $2(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2) + \text{SiO}_2$
 Espinélio Al:Si mulita 1:1 + tridimita

$3(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)$ ----- > 1400°C -----> $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + \text{SiO}_2$
 Mulita 1:1 mulita 3:2 + cristobalita

Os materiais cerâmicos processados, ou produtos cerâmicos, são constituídos quer por uma fase vítrea, quer por uma fase cristalina que se apresenta

como cristais únicos ou como aglomerados de cristais de diversas formas e dimensões, quer por um sistema composto constituindo materiais amorfos e grãos cristalinos, podendo conter cermetos.

Dessa forma, a interpretação das propriedades químicas e físicas dos materiais cerâmicos deve ser feita em termos:

- da identidade das fases constituintes;
- do arranjo das fases componentes (micro-estrutura);
- do grau de perfeição das fases componentes em relação com os defeitos estruturais: pureza e estequiometria.

Portanto, as seguintes propriedades devem ser estudadas para uma compreensão da estrutura e comportamento dos materiais cerâmicos:

- propriedades elétricas;
- propriedades magnéticas;
- propriedades ópticas;
- propriedades mecânicas, quer do ponto de vista macroscópico e microscópico, quer do ponto de vista atômico;
- propriedades térmicas;
- comportamento sob radiações de alta energia;
- propriedades termodinâmicas;
- cinética das reações;
- propriedades de superfícies e de interfaces.

A produção de materiais cerâmicos compreende uma sequência de etapas de manufatura para o processamento de sólidos e líquidos, sendo que, pelo menos, uma das etapas consiste em fazer que ocorram reações em temperaturas elevadas para que os produtos cerâmicos adquiram as propriedades úteis desejadas.

As principais etapas no processamento de materiais cerâmicos podem ser agrupadas da seguinte forma:

- preparação das matérias-primas;
- conformação;
- secagem;
- queima (sinterização);
- acabamento

3.1.2 – Preparação das matérias-primas

A preparação das matérias-primas podem compreender as seguintes operações:

- **Cominuição:** Redução da granulometria ou dimensões das partículas das matérias-primas por processos mecânicos ou outros.
- **Fracionamento granulométrico:** Separação dos materiais fragmentados em frações de dimensões especificadas por elutriação (processo por meio do qual se separa uma mistura de partículas de diferentes tamanhos, em frações mais ou menos homogêneas, mediante a sedimentação numa corrente de fluido), sedimentação e peneiramento. A determinação da distribuição granulométrica ou análise granulométrica do material é um acessório óbvio a estas operações.
- **Mistura ou dispersão:** Dispersão de sólidos em líquidos é a mistura de líquidos ou partículas sólidas, de modo a levar ao melhor e mais íntimo contato entre as partículas componentes do sistema.

3.1.3 – Conformação

Compactação e moldagem das matérias-primas fragmentadas, massas plásticas, suspensões sólido-líquido e a solidificação em peças de forma e dimensões desejadas.

3.1.4 – Processamento térmico

Nessa etapa são obtidas as transformações desejadas, em estrutura e composições, pela aplicação da energia térmica. O processamento térmico pode ocorrer em diferentes pontos da manufatura, desde o pré-tratamento das matérias-primas até um último tratamento térmico da peça cerâmica. O processamento térmico pode ser subdividido em um número de categorias, tais como: secagem, queima, recozimento e fusão.

3.1.5 – Acabamento

É o acabamento final de uma peça cerâmica que irá torná-la utilizável em uma finalidade específica. Esse tratamento pode incluir cobertura, moagem, polimento e galvanoplastia. (A galvanoplastia é um tratamento de superfície que consiste em

depositar um metal sobre um substrato (metálico ou não), através da redução química ou eletrolítica para proteção, melhor condutividade, e melhor capacitação para se soldar sobre a superfície tratada.) Outras aplicações são: para melhorar a aparência, aglutinar partículas não condutoras à camada electrodepositada, melhorar a resistência ao atrito, melhorar a dureza superficial, melhorar a resistência à temperatura, entre outras.

3.1.6 - Classificação dos produtos cerâmicos

Os materiais cerâmicos podem ser divididos em grupos que levam em conta, sobretudo, o tipo de utilização final.

A) Cerâmica estrutural ou cerâmica vermelha - 1º Grupo

Compreende os seguintes produtos: tijolos e blocos, telhas, tubos, lajes para forno, lajotas, vasos ornamentais, agregado leve de argila expandida e outros. Esses produtos são na quase totalidade, fabricados próximos de centros consumidores, utilizando matérias-primas locais. Essas matérias-primas são argilas com alto teor de impurezas, entre as quais destacam-se compostos de baixo ponto de fusão e outros com alto teor de ferro, estes, os responsáveis pela cor vermelha característica dos produtos. São produtos que se caracterizam por sua boa durabilidade e resistência mecânica e custo muito baixo, tendo as empresas que utilizar grandes áreas e movimentar grandes volumes de matéria-prima. A queima desses produtos, fabricados a partir de argilas muito impuras, tem representado verdadeiros desafios ao controle e uniformidade da temperatura de queima.

B) Cerâmica branca - 2º Grupo

Compreende os seguintes produtos: louça sanitária, porcelana de mesa, porcelana elétrica (isoladores de baixa, média, alta e extra-alta tensão), porcelana técnica e de laboratório, entre outras. Em geral, esses produtos são fabricados a partir de misturas de matérias-primas, normalmente argilas, materiais fundentes (como o feldspato) e o quartzo. De modo geral, as temperaturas de queima têm que ser elevadas para que possam ser obtidos produtos densos e de alta dureza. Para que a cor após a queima seja realmente branca, as matérias-primas devem ser adequadamente puras; isso resulta na necessidade do uso de fundentes para que as temperaturas de queima sejam economicamente aceitáveis. A maioria dos produtos de cerâmica branca são vidrados

em pelo menos uma face, a fim de impermeabilizá-la à penetração de líquidos. Junto ao vidrado, muitas vezes se aplica alguma decoração.

Grandes mudanças têm ocorrido na fabricação de produtos de cerâmica branca desde os tempos primitivos em que essa fabricação era artesanal e, baseada na tradição e em segredos transmitidos de pai para filho até os dias atuais em que a moderna tecnologia é baseada na engenharia e em princípios científicos. Etapas importantes da modernização foram em primeiro lugar a introdução de máquinas automáticas para conformação de peças em substituição às antigas operações manuais e depois o desenvolvimento de novas composições químicas baseadas em matérias-primas de alta pureza e, muitas vezes, de alto custo.

C) Cerâmica de revestimento - 3º Grupo

Compreende os seguintes produtos: azulejos, ladrilhos e pastilhas (mosaicos). Tendo em vista o formato regular das peças, esse grupo de produtos é o que tem permitido o maior grau de automação industrial. A grande maioria das etapas de processo são controladas automaticamente, e é cada vez mais intenso o uso de microprocessadores. Hoje já se fala em fábricas com gerenciamento total por computador desde a manipulação das matérias-primas até a embalagem.

D) Refratários – 4º Grupo

Compreende os seguintes produtos: de sílica, sílico-aluminosos, aluminosos, de carbetos de silício, de mulita, de cordierita, de magnésia, de cromita, de carbono, de grafita e tantos outros. São produtos fabricados deliberadamente para suportar temperaturas elevadas sob as condições específicas dos fornos industriais. Essa classe de produtos deve apresentar resistência a altas temperaturas, boa resistência a temperaturas elevadas, inércia química, boa resistência à abrasão e propriedades térmicas adequadas.

Os maiores consumidores de refratários são as indústrias siderúrgicas e metalúrgicas. Muitas operações na indústria do aço, incluindo coqueificação do carvão (aquecimento do carvão a altas temperaturas), redução do minério de ferro em altos fornos, refino do gusa a aço em conversores, o vazamento do aço líquido em panelas e das panelas para as lingoteiras e o tratamento térmico dos lingotes antes da laminação, requerem diferentes tipos de materiais refratários.

As diversas indústrias cerâmicas também usam muitos produtos refratários na importante etapa de queima da produção cerâmica. Outros grandes consumidores de refratários são as indústrias de cimento e vidro, e as usinas de açúcar e álcool (caldeiras).

E) Isolantes térmicos - 5º Grupo

Compreende os seguintes produtos: refratários isolantes, fibras cerâmicas e outros. Os isolantes térmicos são classificados em várias categorias, de acordo com a massa específica aparente e a temperatura de uso. Existem os refratários isolantes com peças de formatos definidos, os isolantes térmicos fibrosos (fibras cerâmicas), os isolantes térmicos de fibra de vidro e lã de rocha, os isolantes de silicato de cálcio, a vermiculita expandida e outros.

F) Cerâmicas especiais ou de alta tecnologia - 6º Grupo

Com a utilização da Ciência dos Materiais está sendo possível desenvolver uma grande variedade de produtos cerâmicos não tradicionais baseados em matérias-primas de alta pureza, fabricados e queimados por técnicas especiais. São produtos com funções químicas, mecânicas, térmicas, ópticas, magnéticas, eletroeletrônicas, biológicas e nucleares. Os desenvolvimentos nesse campo estão sendo muito rápidos e muito da tecnologia de hoje será substituída pelas inovações de amanhã.

G) Cimento - 7º Grupo

O cimento é obtido pelo tratamento térmico adequado de minerais, a fim de torná-los reativos com a água, transformando-se depois em massas petrificadas. Na indústria de cimento, o tratamento térmico é efetuado em imensos fornos rotativos, considerados uma das maiores peças móveis de equipamentos industriais no mundo. As principais matérias-primas da indústria do cimento são: o calcário, as argilas, minerais ricos em ferro e Cal.

H) Vidro - 8º Grupo

A tendência de alguns materiais cerâmicos de não se recristalizarem após a fusão e resfriamento é a base para fabricação do vidro. Tais materiais cerâmicos não

cristalinos se comportam como líquidos altamente viscosos, rígidos à temperatura ambiente, mas que amolecem gradualmente e começam a escoar à medida que a temperatura aumenta. Muitos vidros são transparentes a luz e essa é a propriedade responsável pelo seu uso em janelas, garrafas, bulbos de lâmpada e lentes.

Embora a matéria-prima básica do vidro seja a sílica, a composição química pode variar mediante a adição de outros minerais de modo a obter uma infinidade de variedades de vidro com propriedades bem definidas. A adição ao vidro de óxidos, sobretudo dos elementos de transição, permite obter vidros coloridos com as mais diversas tonalidades.

A natureza do vidro permite que peças sejam formadas por métodos inaplicáveis para outros materiais cerâmicos. O vidro pode ser estirado em chapas, soprado e formar recipientes ocos, prensados e transformado em fibras por centrifugação através de orifícios. Alguns vidros podem receber tratamento térmico especial e se transformar em vitro-cerâmicas de largo uso doméstico.

D) Abrasivos - 9º Grupo

Nesse grupo se enquadram grãos abrasivos obtidos por processos cerâmicos e produtos obtidos a partir desses grãos. Os grãos abrasivos são principalmente o óxido de alumínio eletrofundido e carbetos de silício, além de outros como o diamante sintético, o óxido de cério, entre outros, e usualmente são usados soltos. Os produtos abrasivos são ferramentas abrasivas como, lixas, rebolos, discos de desbaste e de corte, ponta montada, pedra de afiar e outros. As ferramentas são grãos abrasivos soldados por um ligante, com diferentes formas e dimensões que se destinam ao trabalho de corte, desbaste, retífica e polimento.

A natureza da matéria-prima tem um grande efeito sobre as propriedades finais de um componente cerâmico. Pureza, distribuição de tamanho de partículas, reatividade, forma polimórfica, disponibilidade, e custo devem ser considerados e cuidadosamente controlados. O autor David Richerson discute os tipos e fontes de matérias-primas e do processamento necessário para prepará-los para a pureza adequada, a distribuição do tamanho da partícula, e outras condições necessárias para alcançar os melhores resultados em etapas posteriores de processamento. (David W. Richerson, 2006.)

A produção de materiais cerâmicos compreende de forma ampla, a caracterização dos materiais utilizados tanto na matriz quanto no reforço e seus consequentes aditivos de processamento e seu processo de obtenção.

Uma vez produzidos, os materiais cerâmicos serão caracterizados por meio de diferentes ensaios obedecendo às normas e procedimentos existentes para sua correta realização e efetiva obtenção de resultados.

3.2 Materiais Cerâmicos

Materiais cerâmicos são compostos formados por elementos metálicos e não metálicos (CALLISTER, 2002), sendo, em geral, um deles um não-metal ou sólido não metálico e o outro um metal, podendo também, ser outro sólido não metálico (BARSOUM, 2003). Óxidos, silicatos, carbonetos e nitretos consistem nos principais tipos de materiais cerâmicos. Dessa forma, MgO, CaO, SiO₂ e Al₂O₃ são compostos cerâmicos relativamente simples.

Shackelford (2008) classifica a cerâmica em grupos de acordo com sua abundância na crosta terrestre. Por esta classificação, tem-se no grupo das cerâmicas cristalinas os silicatos (no qual predominam a presença de SiO₂), as cerâmicas de óxidos de não-silicatos (grupo ao qual pertencem o MgO, CaO e a alumina) e o terceiro grupo o das cerâmicas de não óxidos (neste grupo estão presentes os carbetos e nitretos em geral).

Em linhas gerais, os materiais cerâmicos são classificados como materiais cristalinos podendo aparecer na forma mono ou apresentar microestrutura policristalina, sendo que esta última apresenta comportamento mecânico frágil (ASKELAND, PHULÉ; 2008). Apresentam-se ainda em forma amorfa ou parcialmente amorfa.

Os materiais cerâmicos são isolantes térmicos e elétricos. Resistem também às altas temperaturas e apresentam maior resistência à ambientes abrasivos que os metais e os polímeros (PADILHA, 1997). Possuem ainda dureza elevada e a alta fragilidade. Dentro do grupo dos materiais cerâmicos, pode-se destacar o cimento, o vidro, materiais refratários, semicondutores e as argilas (grupo no qual se destacam os argilominerais, esmectitas, ilitas e caulinita, que são os principais constituintes das argilas).

3.2.1 Argilas e argilominerais

Tecnologia de argilas é a aplicação dos conhecimentos científicos fundamentais sobre a estrutura, métodos de estudo e as propriedades físico-químicas das argilas e dos argilominerais empregados nas indústrias, artes e profissões que trabalham com argilas como matéria-prima fundamental (Grim, 1950-1955).

A argila é um material natural, terroso, de granulação fina, que geralmente adquire, quando umedecido com água, certa plasticidade; quimicamente, são as argilas formadas essencialmente por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio. Designa ainda o nome “argila” um grupo de partículas do solo cujas dimensões se encontram entre uma faixa especificada de valores. O termo “folhelho” é usado para argilas laminadas ou estratificadas naturalmente; pode o folhelho ter a mesma consistência ou textura das argilas usuais ou ser completamente adensado e duro, chamando-se então “argilito”. A palavra “solo” tem interpretações diferentes, conforme seja usada em agricultura, geologia ou engenharia. Há variação considerável na terminologia das argilas e argilominerais nos diversos setores científicos e tecnológicos que se utilizam deste material.(Santos, 1989)

Têm as argilas grande importância nas prospecções geológicas, em agricultura, em mecânica dos solos e em grande número de indústrias, como, por exemplo, metalúrgica, de petróleo, de borracha, de papel e de cerâmica. Sempre houve certo interesse no estudo das argilas.

Sabe-se modernamente que praticamente todas as argilas são constituídas essencialmente por partículas cristalinas extremamente pequenas de um número restrito de minerais conhecidos como “argilominerais” (O termo *Clay minerals* ou *Tonmineralien* pode ser traduzido como minerais de argila ou minerais argilosos; contudo, as argilas contêm, normalmente, um certo teor de minerais usuais residuais, muitas vezes finamente divididos, como certas formas de sílica e de óxidos de ferro e titânio, o quartzo é um mineral que pode estar presente na argila). Uma argila qualquer pode ser composta por partículas de um argilomineral ou por uma mistura de diversos argilominerais. Quimicamente, os argilominerais, como foi assinalado acima, são compostos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, contendo ainda, geralmente, certo teor de elementos alcalinos e alcalino-terrosos. Além dos argilominerais contêm as argilas, geralmente, outros materiais e minerais, tais como “matéria orgânica”, sais

solúveis e partículas de quartzo, pirita, mica, calcita, dolomita e outros minerais residuais, e podem conter também minerais não-cristalinos ou amorfos (Santos, 1989).

Anteriormente à formulação do conceito de argilomineral, muitos outros conceitos foram sugeridos para a composição das argilas. Os seguintes tipos de minerais foram assim propostos como componentes fundamentais de todos os solos e argilas: zeólitas, caulinita e misturas amorfas heterogêneas de sílica com hidróxidos de alumínio e ferro, além da matéria orgânica. Tem sido sugerido também que fragmentos de minerais de qualquer rocha poderiam ser considerados como argila, desde que essas partículas fossem suficientemente pequenas. Estes conceitos, por incorretos, foram abandonados (Santos, 1989).

O Brasil possui atualmente indústrias que utilizam argilas de diversos tipos: a) a indústria cerâmica usa argilas na fabricação de cerâmica vermelha (tijolos, telhas, revestimento cerâmico, lajes e material ornamental), de cerâmica branca (material sanitário, louça doméstica, azulejos e pastilhas, porcelana doméstica, de laboratório e técnica); de material refratário (sílico-aluminosos e aluminosos); b) as indústrias de borrachas e plásticos que as utilizam como cargas ativas e inertes; c) as indústrias de papel e papelão que utilizam argilas como carga e como cobertura; d) a indústria metalúrgica, que usa argilas como aglomerantes de areias de moldagem para a fundição de metais e para pelotização de minérios de ferro; e) a indústria utiliza argilas como diluentes primários e secundários (pós inertes) para inseticidas e pesticidas; f) as indústrias de óleos comestíveis e de derivados de petróleo utilizam argilas como agentes decorantes de óleos vegetais e minerais; g) argilas são usadas como agentes tixotrópicos em lamas para a perfuração de poços de sondagem de petróleo e de água (artesianos); h) argilas especiais são usadas como catalisadores no craqueamento de petróleo para a produção de gasolina; i) argilas são utilizadas com finalidades específicas, como, por exemplo, na manufatura de minas de lápis, como carga para sabão e tecidos, como pigmento para tintas, na fabricação de cimentos e de produtos farmacêuticos. (Santos, 1989)

3.3 Caracterização de Materiais

Caracterização de um material é a identificação e o conhecimento de suas propriedades, seu comportamento e morfologia para que este material seja utilizado em sua devida aplicação, obtendo o máximo de suas propriedades sem que se incorra

em possibilidades de acidentes ou que haja um superdimensionamento que certamente acarretaria em custos não essenciais que não atendem os objetivos econômicos e industriais.

Para que se caracterize um material analisando suas propriedades, são necessários que sejam realizados ensaios para quaisquer grupos de propriedades que se queira analisar (mecânicas, térmicas, elétricas, ópticas, reológicas, entre outras). Abaixo, estão descritos alguns ensaios mecânicos e térmicos realizados neste estudo:

3.3.1 Ensaios mecânicos

Os ensaios mecânicos são aqueles que determinam a resposta dos materiais às influências mecânicas externas, tais como tração, compressão e flexão. Essas respostas consistem invariavelmente em deformações que podem ser reversíveis ou não (elásticas ou plásticas). Os materiais cerâmicos apresentam somente deformação elástica. A fratura frágil ocorre após a deformação elástica.

A análise dessas propriedades verificadas em ensaios mecânicos é parte fundamental para identificação da viabilidade, ou não, de determinado material para uma aplicação tendo em vista que os valores das propriedades servem como base de comparação do desempenho mecânico dos diversos tipos de cerâmicas.

3.3.1.1 Ensaio de retração linear

A retração linear ocorre quando os corpos de prova são secos a uma temperatura de 110°C e quando são queimados.

A retração linear após secagem é obtida pela equação: $RLs (\%) = (l_o - l_f)/l_o * 100$ onde:

RLs = retração linear após a secagem

l_o = comprimento após prensagem (mm)

l_f = comprimento após secagem (mm)

Já a retração linear após queima ou sinterização é obtida pela equação: $RLq (\%) = (l_o - l_f)/l_o * 100$ onde:

RLq = retração linear após a queima

l_o = comprimento após secagem (mm)

l_f = comprimento após queima (mm)

3.3.1.2 Ensaio de tração

Estes ensaios de tração para os materiais cerâmicos não são normalmente utilizados devido a vários fatores como: a) os corpos-de-prova cerâmicos se contraem durante a etapa de sinterização o que torna difícil a sua confecção; b) nos corpos-de-prova cerâmicos ao se fixar às garras da máquina de ensaios eles podem fraturar-se; c) as fraturas nos corpos-de-prova ocorrem para uma deformação pequena (em torno de 0,1%). Sendo assim os corpos-de-prova precisariam estar completamente alinhados para que as ocorrências de tensões de flexão ou dobramento não fossem observadas.

3.3.1.3 Ensaio de flexão em três pontos

O ensaio de flexão determina a tensão máxima desenvolvida na superfície de um material quando a mesma está sujeita a esforços de dobramento. Este ensaio é aplicado em materiais rígidos, ou seja, aqueles que não vergam excessivamente.

A norma ASTM D790 descreve os procedimentos para realização do ensaio de resistência à flexão. Em geral, os tipos mais comuns de ensaios de resistência à flexão são os ensaios de três e quatro pontos. O primeiro é utilizado para os materiais metálicos e poliméricos ao passo que o segundo é utilizado em materiais cerâmicos devido à fragilidade desse tipo de material à compressão livre.

O Esquema 08 ilustra a aplicação da carga no Ensaio de Flexão em 3 Pontos e os esforços de tração e compressão existentes no corpo de prova.

Figura 02: Representação esquemática do ensaio de flexão em 3 pontos.

Os corpos de prova utilizados nesse tipo de ensaio são preparados em forma de barras retangulares com seção transversal plana, sendo suas medidas mais importantes o comprimento (l), a largura (b) e a espessura (h) e o raio (r) no caso dos corpos de seção circular.

A tensão de ruptura a flexão (σ_{rf}) em 3 pontos de corpos retangulares é calculada de acordo com a equação 2:

$$\sigma_{rf} = 3 F.L / 2 b d^2 \text{ (equação 2)}$$

Onde:

σ_{rf} = Tensão de ruptura a flexão (MPa)

F = carga aplicada (N)

L = distância entre apoios (m)

b = largura do corpo-de-prova (m)

d = espessura do corpo-de-prova (m)

No caso dos corpos cilíndricos tensão de ruptura a flexão (σ_{rf}) é calculada conforme a equação 3:

$$\sigma_{rf} = F.L / \pi r^3 \text{ (equação 3)}$$

Onde:

σ_{rf} = Tensão de ruptura à flexão (MPa)

F = carga aplicada (N)

L = distância entre apoios (m)

π = constante matemática (3,1415927...)

r = raio do corpo-de-prova (m)

Faz-se uso ainda de outro tipo de ensaio de flexão, o ensaio de flexão em 04 pontos. Neste caso, o cálculo da tensão de ruptura é dado pela equação 4:

$$\sigma_{rf} = 3.F.L / 4 b d^2 \text{ (equação 4)}$$

Onde:

σ_{rf} = Tensão de ruptura a flexão (MPa)

F = carga aplicada (N)

L = distância entre apoios (m)

b = largura do corpo-de-prova (m)

d = espessura do corpo-de-prova (m)

3.3.1.4 Ensaios de porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente.

Essas propriedades são importantes, pois avaliam o comportamento do produto na presença de água, bem como, são indicativos para prever se uma argila pode ser usada na fabricação de um determinado produto.

Estes ensaios são feitos com a queima ou sinterização dos corpos de prova nas temperaturas especificadas, em atmosfera oxidante e aquecimento constante (10 a 15 °C/h). Manter a temperatura de queima durante 3 horas, deixar resfriar dentro do forno e depois pesar. Logo após colocar os corpos de prova imersos em água, durante 24 horas. Após este período determinar a massa dos corpos de prova imersos, efetuando a pesagem com o corpo de prova suspenso por um fio de arame fino preso a um dos braços da balança. A balança deve ser previamente calibrada com fio imerso em água à mesma profundidade da pesagem do corpo de prova. Retirar os corpos de prova do recipiente, eliminar o excesso de água da superfície com um pano úmido e pesar os

corpos de prova saturados. Calcular a absorção de água, a porosidade aparente e a massa específica aparente pelas fórmulas:

$$AA = \frac{Mu - Ms}{Ms} \times 100$$

$$PA = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} \times 100$$

$$MEA = \frac{PA}{AA}$$

Onde:

AA = Absorção de água, em %.

PA = Porosidade aparente, em %.

MEA = Massa específica aparente, em g/cm³.

Mu = Massa do corpo de prova saturado com água, em grama.

Ms = Massa do corpo de prova após a secagem, em grama.

Mi = Massa do corpo de prova imerso em água, em grama.

3.3.1.5 Ensaio de limites de consistência.

Os Limites de consistência dos solos são teores de umidade que definem, de forma empírica, a mudança de estado dos solos. Três são os limites de consistência dos solos, a saber: Limite de Liquidez - NBR - 06459 (1984) - Limite entre o estado líquido e o estado plástico; Limite de Plasticidade - NBR - 07180 (1984) - Limite entre o estado plástico e o estado semi-sólido; Limite de Contração - NBR - 07183 (1982) - Limite entre o estado semi-sólido e o estado sólido.

Os solos que apresentam uma textura com certa porcentagem de finos, que é o caso das argilas, para caracterizá-los devemos descobrir qual a sua plasticidade que é definida como uma propriedade que consiste na maior ou menor capacidade de serem

eles moldados, sob condições de umidade, sem alteração de volume. (CAPUTO, H.P.,2011)

A fração fina tem importância no comportamento do solo, e em especial nas argilas, sendo assim, só a distribuição granulométrica não é suficiente para determinar o mesmo.

Sendo a umidade de um solo muito elevada, ela se apresenta como um fluido denso e se diz no estado líquido. À medida que evapora a água, ele se endurece e, para um certo $h = LL$ (limite de liquidez), perde sua capacidade de fluir, porém pode ser moldado facilmente e conservar sua forma. O solo encontra-se, agora, no estado plástico. A continuar a perda de umidade, o estado plástico desaparece até que, para $h = LP$ (limite de plasticidade), o solo se desmancha ao ser trabalhado. Este é o estado semi-sólido. Continuando a secagem, ocorre a passagem gradual para o estado sólido. O limite entre os dois estados é um teor de umidade $h = LC$ (limite de contração). Conforme o gráfico 3. (CAPUTO, H.P. 2011)

Gráfico de Limites de consistência

As argilas são tanto mais compressíveis quanto maior for o índice de plasticidade (IP), fracamente plástica o IP está entre 1 a 7, medianamente plástica o IP está entre 7 e 15 e altamente plástica se o IP estiver acima de 15. O IP é determinado pela diferença entre o limite de liquidez (LL) e o limite de plasticidade (LP). A determinação do limite de liquidez (LL) é feita pelo aparelho de Casagrande (Figura 3). O limite de plasticidade é determinado pelo cálculo da porcentagem de umidade para a qual o solo começa a se fraturar quando se tenta moldar, com ele, um cilindro de 3mm de diâmetro e cerca de 10 cm de comprimento (figura 4).

Figura 3 – Aparelho de Casagrande

Figura 4 – Ensaio de limite de plasticidade

3.3.1.6 Ensaio de extrusão de corpos de prova

A extrusão de corpos de prova é realizada através de uma conformação plástica, com seção constante. Devem ser observadas na massa a ser extrudada a sua plasticidade que é o grau de deformação até ela entrar em ruptura; a sua coesão que é a força de união entre partículas até alcançar a máxima consistência. A extrusora ou maromba, é um equipamento mecânico no qual é feito o transporte, a compactação e a extrusão dos corpos de prova, durante este processo o fluxo deve ser constante para que se obtenha corpos de prova com qualidade.

3.3.2 Ensaio térmico

Da mesma forma que os ensaios mecânicos apresentam a resposta de um material a influências mecânicas externas, os ensaios térmicos apresentam os resultados quando se leva em conta a variação de outra variável: a temperatura.

Conhecer o comportamento do material em altas e baixas temperaturas é fundamental e consiste, tanto quanto à análise mecânica, no primeiro passo para a escolha de um determinado material.

3.3.3 Análises térmicas

O conceito de análise térmica define-se como um conjunto de técnicas que permitem medir variações em propriedades físicas e químicas de um material em função da temperatura ou tempo, quando esse material ou substância é submetido a uma condição controlada de temperatura (MOTHÉ; AZEVEDO, 2002).

As análises térmicas são o conjunto de técnicas que permite medir as mudanças de uma propriedade física ou química de uma substância ou material em função da temperatura ou tempo, enquanto a substância é submetida a uma programação controlada de temperatura, tais como: Termogravimetria (TG), calorimetria exploratória diferencial (DSC), análise térmica diferencial (DTA), análise mecânica térmica (TMA), análise mecânica dinâmica (DMA), detecção de gases desprendidos (EGD), análise de gases desprendidos (EGA) e análise de volatilização térmica (TVA). (MOTHÉ; AZEVEDO, 2002.)

Dentre a variedade de métodos empregados atualmente para realização das análises térmicas de materiais destaca-se a análise térmica diferencial (DTA), a análise mecânica dinâmica (DMA), a calorimetria exploratória diferencial (DSC) e a análise termogravimétrica (TG), entre outras técnicas.

Neste trabalho será utilizada a análise termogravimétrica (TG) e a análise térmica diferencial (DTA), as quais destacam-se abaixo.

3.3.3.1 Análise termogravimétrica

Esta técnica baseia-se no estudo da variação de massa de uma amostra, resultante de uma transformação física (sublimação, evaporação, condensação)

ou química, em função do tempo ou da temperatura enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura (MOTHÉ; AZEVEDO, 2002).

A análise termogravimétrica é utilizada para demonstrar a estabilidade térmica de um material ou traçar seu perfil de degradação. Os resultados das análises são gráficos que traçam o comportamento dos materiais quando submetidos a uma varredura de temperatura (MOTHÉ; AZEVEDO, 2002).

Segundo Mothé e Azevedo (2002, p. 29), as curvas obtidas na análise termogravimétrica são de natureza empírica, uma vez que depende de parâmetros como amostra e tipo do equipamento, o que dificulta as comparações entre diferentes laboratórios e equipamentos.

3.3.3.2 Análise Térmica Diferencial

A análise térmica diferencial (DTA) é uma técnica onde a diferença de temperatura entre a substância de referência (termicamente estável) é medida em função da temperatura da referência (forno), enquanto a substância e o material de referência são submetidos a uma programação controlada de temperatura. O registro é a curva DTA, e as diferenças de temperatura devem ser colocadas em ordenadas, com as reações endotérmicas voltadas para baixo e o tempo ou temperatura em abscissas, com valores crescentes da esquerda para a direita (GIOLITO; IONASHIRO, 1980).

3.3.4 Difração de raios X

Quando é abordada a questão dos métodos analíticos baseados em raios X há que se destacar três métodos: absorção de raios X, fluorescência de raios X e difração de raios X.

No caso da difração de raios X, utiliza-se o espalhamento coerente da radiação X, por estruturas organizadas (cristais), permitindo a realização de estudos da estrutura cristalina em materiais, determinando sua estrutura cristalina e sua fração (percentual) cristalina (CANEVAROLO, 2004). Conforme a figura 6 em que é apresentado o difratograma do Quartzo.

Albers et. al (2002) destacam, dentre as vantagens da utilização desta técnica na caracterização da fase cristalina, a simplicidade e rapidez do método, a

confiabilidade dos resultados obtidos (pois o perfil de difração obtido é característico para cada fase cristalina) e a possibilidade de análise de materiais compostos.

Quando se fala em difração de raios X e caracterização de materiais cristalinos, é necessário mencionar a Lei de Bragg a qual permite a determinação da distância interplanar de duas camadas de átomos para o feixe em determinado ângulo (θ) de incidência do feixe, conforme a Equação 1.

$$n\lambda = 2.d.\text{sen } \theta_n \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

λ = comprimento de onda da radiação - x

d = espaçamento interplanar

θ_n = ângulo de difração de raios X

A figura 05 apresenta esquematicamente a difração de raios-X e os parâmetros da Lei de Bragg.

Figura 5: Representação Esquemática da Lei de Bragg

Figura 6: Gráfico de Difratoograma do quartzo

3.3.5 Ensaio de Absorção Atômica.

Espectrofotometria de absorção atômica (AAS) é um método relativamente novo para a determinação da presença e da quantidade de um elemento numa determinada amostra. Na absorção atômica (conforme a figura 7 abaixo), mede-se a absorção de luz proveniente de uma outra fonte de emissão, luz esta que atravessa a chama onde é parcialmente absorvida pelos átomos presentes na forma não excitada. Os átomos não excitados ou no estado fundamental absorvem luz emitida por uma fonte de emissão cujo feixe atravessa a chama, diminuindo assim a intensidade medida. A atenuação deste feixe, assinalada por um fotodetector sensível, dá a medida da concentração de um certo elemento na solução que foi vaporizada na chama.

O espectrofotômetro de absorção atômica consiste de:

Figura 7: Desenho do Espectrofotômetro de absorção atômica

O espectrofotômetro de absorção atômica é segmentado nas seguintes partes: Atomização; Fonte de emissão; Sistema de nebulização queima; Sistema óptico; Monocromador; Sistema eletrônico e Sistema de leitura.

Na atomização observa-se que:

A amostra encontra-se normalmente na forma iônica, mas poderá apresentar-se na forma molecular.

Parte do fluxo aspirado da atmosfera é transformado em gotículas da ordem de 20 μL no nebulizador, cerca de 90% das gotículas são maiores que 20 μL , portanto são condensadas no nebulizador e são enviadas ao dreno.

As gotículas menores misturam-se com os gases comburentes e o combustível e vão ao queimador. Na chama as partículas são compostas por um ou mais processos e transformadas em átomos metálicos no estado gasoso. A maioria destes átomos está no estado menor de energia e são ditos no “estado fundamental”.

O átomo pode absorver radiação somente do comprimento de onda específico correspondente à energia para ocorrer transição eletrônica. Desde que o mesmo tipo de átomo seja utilizado na construção de lâmpadas de cátodo oco, a emissão da lâmpada é exatamente do mesmo comprimento de onda para absorção pelo mesmo tipo de átomo na chama.

Como as linhas de absorção são muito estreitas há poucas possibilidades de átomos de diferentes tipos absorverem a radiação da lâmpada de cátodo oco.

Já a técnica de emissão de chama não é tão específica, deve ser utilizada com mais cuidado e o monocromador deve ser de alta resolução para permitir perfeita separação de raios.

O processo pelo qual os átomos absorvem, emitem ou fluorecem, estão confinados aos elementos de valência.

A linha de ressonância corresponde a transição entre o estado fundamental e o excitado mais baixo. A absorção atômica faz uso destas linhas de ressonância do átomo.

Cada elemento pode apresentar várias linhas de ressonância, algumas mais sensíveis que as outras, característica importante que dá ao processo excelente versatilidade, pois permite análise de traços a altas concentrações.

Quando os átomos no queimador são irradiados pela lâmpada de cátodo oco, estes absorvem parte da radiação.

Os elétrons de valência são excitados quando decorrido o Δt (tempo) o átomo volta ao nível mais baixo, caso não haja outra colisão emitirá radiação, esta é conhecida como ressonância ou fluorescente. Quando volta ao estado fundamental em vários “steps” (passos) emitirá radiação de diferentes comprimentos de onda.

Quando o elétron é excitado para o estado de alta energia por efeito térmico de chama e retorna para níveis de energia mais baixos, a luz é emitida. Esse processo de chamas de emissão é determinado pela fotometria de chama.

A chave da técnica de absorção atômica é a fonte de emissão da radiação do metal a ser analisado. Há vários tipos de fontes como: Lâmpada de arco; Lâmpada de cátodo oco; Lâmpada multi-elementos. Podem ainda ser usadas como fontes de emissão: os tubos de Gissler, lâmpada de descarga de vapor, lâmpada de descarga de alta frequência e o cátodo oco. Estas são atualmente as melhores e são mais usadas para absorção atômica.

Um monocromador (figura 8) é um dispositivo que permite isolar uma banda de comprimento de onda. É formado por um elemento de dispersão (um prisma ou uma rede de difração) junto com duas fendas estreitas que seve como aberturas de entrada e saída da radiação. A fenda da entrada define um feixe estreito da radiação que incide no elemento dispersante. O elemento de dispersão tem a finalidade de desviar um feixe que depende do comprimento de onda e “abrir em forma de leque”. Quanto mais

estreita for a fenda de saída e quanto mais distante estiver localizada do prisma ou da rede, melhor será a resolução dos comprimentos de onda.

Figura 8: Esquema de um monocromador

O detector universalmente utilizado nos espectrofotômetros de absorção atômica é o tubo fotomultiplicador. Nenhum outro sistema de detecção oferece a mesma sensibilidade e simplicidade para as necessidades da técnica de absorção atômica.

3.3.6 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura é realizada na superfície de uma amostra na qual é varrida por um feixe de elétrons e este feixe de elétrons refletido (ou retroespalhado) é coletado e mostrado na mesma taxa de varredura, sobre um tubo de raios catódicos (como uma tela plana). A imagem na tela que é fotografada vai então representar as características da superfície da amostra. Esta superfície da amostra na qual está sendo examinada pode ou não estar polida e atacada quimicamente, porém ela deve conduzir eletricidade; quando da utilização de materiais não-condutores deve ser aplicado um revestimento metálico muito fino. As ampliações variam entre 10 e mais de 50.000 vezes, e com profundidades de campo muito grandes. A utilização de equipamentos acessórios como o EDS (Espectroscopia por energia dispersiva) permitem análises qualitativas e semiquantitativas da composição dos elementos nas áreas localizadas na superfície da amostra.

3.3.7 Microscopia Ótica

A microscopia ótica é realizada através da colocação da amostra sob a objetiva (o suporte para amostras tem duas faces com cores diferentes: preta e branca).

Após focalizada a imagem na tela é fotografada e então vai ser representada as características da superfície da amostra.

3.4 Incorporação de resíduos em Cerâmicas Vermelhas

A produção de cerâmica vermelha no Brasil é feita em larga escala praticamente em todas as regiões. Esta grande produção dá-se pelo fato dos produtos de cerâmica vermelha serem bastante utilizados pela construção civil em geral. Como em toda região existem produtos cerâmicos e resíduos os mais variados, seja na agroindústria, nas indústrias, construção civil, etc.; estes produtos ou resíduos são incorporados na fabricação dos produtos de cerâmica vermelha, numa tentativa de melhorar as características destes produtos ou diminuir os passivos ambientais que estes resíduos geram na natureza. Há também a possibilidade de redução de custos na produção destes produtos de cerâmica vermelha. Várias pesquisas já foram feitas com estas incorporações como veremos a seguir.

3.4.1 Incorporação de produtos agroindustriais

Os resíduos de produtos agroindustriais são utilizados na incorporação em cerâmicas devido a sua composição química que é a base de carbono, hidrogênio e oxigênio, favorecendo assim as reações com óxidos. Existe ainda a questão da necessidade de utilização dos mesmos, visto que as suas quantidades são relativamente altas e que estas quantidades acabam gerando um grande passivo ambiental.

3.4.1.1 Utilização da cinza da casca de café

O Professor Eduardo Jorge Vidal Dutra em sua tese de mestrado na Universidade Federal do Rio Grande do Norte (2010), cujo tema foi: “Incorporação de cinzas da casca de café na produção de placas cerâmicas para revestimento” chega as seguintes conclusões: “A cinza da casca de café apresentou características de material fundente durante a queima, promovendo fase líquida e contribuindo para a densificação do material. Por ter alta concentração de elementos fundentes, principalmente K_2O , a cinza da casca de café promoveu grande quantidade de fase líquida de modo que

pequenas variações quantitativas, da ordem de 1%, foram suficientes para alterar as características da peça cerâmica após queima”. Os corpos de prova queimados a 1200 °C obtiveram, em todas as formulações, melhores propriedades técnicas, em comparação à queima a 1100 °C, 1150 °C e 1185 °C. A homogeneidade da mistura dos pós influenciou significativamente os resultados quando comparados aos dois experimentos realizados. Os resultados de absorção de água das amostras do experimento II, queimados a 1200 °C, foram satisfatórios com destaque para as formulações DN12, DN10, DN08, DN06 e DN05, com os respectivos valores 0,14; 0,18; 1,50; 2,00 e 2,54%. A formulação DN10, com 10% de adição de cinza, após queima a 1200 °C, obteve resultados de absorção de água (0,18%) e resistência mecânica à flexão (40,77 MPa) que permitem classificar o material como grês porcelanato conforme as normas internacionais EM 176 e ISSO 13006, bem como pela NBR-15463 (parâmetros para porcelanato esmaltado).”

3.4.1.2 Utilização da cinza da casca de arroz

A utilização da cinza da casca de arroz foi estudada na confecção de argamassa para assentamento, pelos autores: Izabelle M. T. Bezerra, Jozilene Souza, João B. Q. de Carvalho & Gelmires A. Neves, em seu artigo publicado na Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental (2011). Os autores chegaram as seguintes conclusões: A cinza da casca do arroz foi caracterizada como material pozolânico, por apresentar comportamento amorfo, elevado teor de sílica e índice de atividade pozolânica superior ao estabelecido por norma, conferindo-lhe boa reatividade e, por isso mesmo, considerada adequada para uso como aglomerante na produção de argamassas. A quantidade de água utilizada para produção dos corpos de prova teve um aumento diretamente proporcional à quantidade de finos de cada mistura confeccionada, para manter a trabalhabilidade desejada. A densidade de massa no estado endurecido dos corpos de prova das argamassas com cinza da casca do arroz apresentou melhor desempenho que as argamassas de referência (sem cinza da casca do arroz). O índice de absorção de água dos corpos de prova das argamassas diminuiu de acordo com o aumento no tempo de cura. A resistência a compressão simples apresentou aumento no desempenho para todas as argamassas até os 63 dias de cura; após este período, aos 91 dias de cura não se observou aumento significativo na resistência.

A utilização da cinza da casca de arroz também foi estudada pelos autores: Quintana, L.M H.; Soares, J.M.D.; Frizzo, P.P.; Bohrer, L.D., no seu artigo sobre: Utilização da cinza da casca de arroz na produção de cerâmica vermelha, apresentado no 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica em junho de 1999 em Florianópolis- SC, chegando as seguintes conclusões: A adição da cinza na massa cerâmica reduziu a resistência à flexão e aumentou a porosidade e absorção de água. A Olaria pode adicionar até 10% de cinza de casca de arroz à massa para produção por extrusão, de materiais cerâmicos para temperaturas de queima acima de 850°C. A relativa folga entre as resistências determinadas e as mínimas recomendadas, na faixa de 900°C a 950°C, sugere testes na linha de produção com adições de 10% a 20% de cinza com posterior verificação tecnológica das peças produzidas.

3.4.1.3 Utilização da cinza do bagaço da cana de açúcar

A utilização da cinza do bagaço da cana de açúcar foi estudada pelos autores: K. C. P. Faria, R. F. Gurgel, J. N. F. Holanda em seu artigo sobre: Caracterização de massa cerâmica vermelha incorporada com resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar, publicado no 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, em 2010, Campos do Jordão, SP, chegando as seguintes conclusões: Os resultados mostraram que a incorporação de resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar (RCBCA) proveniente da região de Campos dos Goytacazes-RJ provoca modificações nas características químico-mineralógica e física de massa argilosa utilizada na fabricação de produtos de cerâmica vermelha. Foi observado que o RCBCA é rico em partículas de quartzo (SiO_2) e cristobalita. Isto significa que a incorporação de RCBCA torna as massas argilosas mais ricas em partículas mais grosseiras ($> 63 \mu\text{m}$). Além disso, a incorporação de RCBCA provocou a diminuição da plasticidade global das massas cerâmicas. No entanto, para adições de até 20 % em peso de RCBCA a plasticidade das massas cerâmicas são ainda adequadas para fabricação de cerâmica vermelha.

3.4.2 Incorporação de resíduos industriais

Devido ao grande número de Indústrias no país, os resíduos gerados por elas são de grande quantidade e geram um passivo ambiental expressivo, e como as leis de preservação do meio ambiente estão cada vez mais rígidas, torna-se necessário o estudo da utilização destes resíduos na incorporação em massas cerâmica.

3.4.2.1 Utilização do resíduo de granito

A utilização do resíduo de granito com a matéria-prima cerâmica foi estudada pelos autores: R. R. Menezes, H. S. Ferreira, G. de A. Neves, H. C. Ferreira, em seu artigo publicado na Revista Cerâmica 48, 2002. Os autores chegaram as seguintes conclusões: os resíduos apresentaram massas específicas reais, distribuições granulométricas e áreas específicas semelhantes às das matérias-primas cerâmicas convencionais, situando-se entre os valores das matérias-primas plásticas e não plásticas; os resíduos analisados são constituídos essencialmente por quartzo, feldspato, calcita e mica, sendo um deles composto basicamente por quartzo e caulinita; que a adição de resíduo às massas cerâmicas para blocos provoca uma elevação na absorção de água e uma redução na resistência à compressão simples dos blocos cerâmicos, e que blocos com teores de até 50% de resíduos apresentam características cerâmicas dentro das especificações da normalização; as massas cerâmicas com adições de resíduos podem ser usadas na confecção de revestimentos enquadrados nos grupos BI, BIIB, BIIa e BIII dependendo da temperatura de queima e que nas condições de queima das indústrias de queima rápida os produtos apresentam características referentes ao grupo BIII.

3.4.2.2 Utilização de escória de aciaria

A utilização da escória de aciaria em massa cerâmica utilizada na produção de telhas foi estudada pelos autores: Vilson Ribamar Rêgo, Roberto Arruda Lima Soares do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí-IFPI em seu artigo publicado no 59º Congresso Brasileiro de Cerâmica em maio de 2015 em Barra dos Coqueiros, SE. Os autores chegaram as seguintes conclusões: 1) Os resultados mostraram a possibilidade de se utilizar a escória de aciaria na massa cerâmica para

telhas até o teor de 15%, sendo que até essa dosagem, proporciona melhorias consideráveis nas características físicas e mecânicas avaliadas. Esse comportamento mostra a possibilidade de uma queima em temperatura mais baixa a 850°C, promovendo assim, uma redução dos custos finais do produto. 2) A incorporação do resíduo na massa até 15% promoveu um aumento da resistência mecânica dos corpos cerâmicos em função da temperatura comparados a massa de referência e que, dependendo da temperatura de queima, atenderam as especificações mínimas estabelecidas pela ABNT para as telhas. 3) Notou-se que até o teor sugerido da escória de aciaria na massa nas temperaturas estudadas, não foram manifestados defeitos e também não foi comprometida a estética do corpo cerâmico que é uma ocorrência indesejável para os ceramistas, principalmente para os fabricantes de telhas.

3.4.3 Incorporação de resíduos da Construção Civil

3.4.3.1 Utilização de resíduos da construção

A utilização de resíduos da construção civil para a produção de cerâmica vermelha foi estudada pelo autor Tales Batista Maciel em seu artigo publicado no 3º Setepam, Seminário de Tecnologia e Pesquisas Ambientais promovido pelo Senai em setembro de 2008 na cidade de São Bernardo do Campo, SP. O autor chegou as seguintes conclusões: Após a comparação dos resultados obtidos com os padrões exigidos para a fabricação de peças cerâmicas, pode-se concluir que é possível a incorporação de resíduos sólidos de construção civil na fabricação de cerâmica vermelha. Os resultados obtidos com os testes mostram que as peças estão dentro do padrão exigido. Como foram feitas três diferentes massas de material incorporado, e todas estão dentro dos padrões, cabe ao fabricante, que se interessar em fazer esta incorporação, escolher quanto de resíduo ele vai querer incorporar em seu processo produtivo.

3.4.4 Incorporações Diversas

3.4.4.1 Utilização de resíduo de rocha

A incorporação de resíduo de rocha na fabricação de blocos cerâmicos e telhas foi estudada por E.B. Zanelato e , A.R.G. Azevedo, J. Alexandre, G.C. Xavier, A. L. Silva, O. D. Fernandes da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, da Universidade Federal de Campina Grande, e do Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (Senai –Pb)–Ct Minerais em seu artigo publicado no 59º Congresso Brasileiro de Cerâmica em maio de 2015. Os autores chegaram as seguintes conclusões: A argila utilizada para fabricação de telhas apresentou valores elevados de limite de liquidez e índice de plasticidade, se comparados com a de outros autores que utilizaram argilas do mesmo município, enquanto a argila utilizada para fabricação de blocos cerâmicos apresentou um ligeiro aumento em relação aos mesmos autores. A densidade real dos grãos da argila utilizada para fabricação de blocos cerâmicos apresenta valores abaixo da média obtidas por outros autores, onde também se encontra a argila utilizada para fabricação de telhas. O resíduo utilizado no trabalho apresentou na análise granulométrica valores compatíveis com ao das argilas utilizadas, no entanto, no resíduo existe a predominância da fração granulométrica sílte, enquanto nas argilas existe a predominância da fração granulométrica argila. Após todos os ensaios realizados, pode-se concluir que a incorporação de 5% se destacou em todos os ensaios, demonstrando ser a incorporação ideal a ser utilizada para a fabricação das telhas cerâmicas. Pode-se concluir também que não é recomendada a incorporação do mesmo resíduo na fabricação de blocos cerâmicos com a argila atualmente utilizada, visto que em nenhum dos ensaios realizados a incorporação de resíduo mostrou evolução nas propriedades. Os resultados obtidos também indicam a viabilidade da incorporação de resíduo, que atualmente não tem destino, transformando-o em um importante material para melhorar a propriedades das telhas cerâmicas produzidas no município de Campos dos Goytacazes.

3.4.4.2 Utilização de cascalho sintético

A adição de cascalho sintético em massas de cerâmica vermelha foi estudada pelos autores: D.A. Nunes, J.D.C. Carregosa, L.S. Barreto, W. Acchar, e

R.M.P.B. Oliveira, da Universidade Federal de Sergipe, São Cristovão, SE, e da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, em seu artigo publicado no 59º Congresso Brasileiro de Cerâmica em maio de 2015 em Barra dos Coqueiros, SE. Os autores chegaram as seguintes conclusões: A substituição parcial da argila por cascalho de poços de perfuração nas frações avaliadas não influencia de forma tão significativa nas propriedades tecnológicas do produto final. A temperatura de sinterização a 1000°C apresenta os melhores resultados para as propriedades estudadas. Conclui-se também que o tratamento prévio do cascalho confere melhorias significativas às mesmas. Dessa forma avaliam que é viável adotar diversas formulações para a fabricação de produtos a base de cerâmica vermelha, sendo atendidos o requisitos da norma da ABNT NBR 15270-2.

3.4.4.3 Utilização de resíduos sólidos industriais e agrícolas

No artigo sobre desenvolvimento de material de construção sustentável utilizando resíduos sólidos industrial e agrícola, os autores: S.P. Raut, R.V. Ralegaonkar, do departamento de Engenharia Civil, VNIT, Nagpur, India, e o autor, S.A. Mandavgane do departamento de Engenharia Química, VNIT, Nagpur, India, tratam de uma preocupação ambiental quanto a acumulação de resíduos sólidos industriais ou agrícolas. Neste trabalho foi avaliado a influência da utilização de polímeros naturais como uma forma de estabilização do solo, a fim de avaliar o seu potencial para uso em aplicações de construção. As misturas foram estabilizadas com um polímero natural (alginato) e reforçada com fibras de lã, de modo a melhorar a força de compressão e à flexão global de uma série de materiais compósitos. Velocidade ultra-som de pulso (UPV) e técnicas de teste de força mecânica foram então usadas para medir as propriedades dos compósitos porosos naturais polímero-fabricados do solo, que foram formados em blocos de terra. Testes mecânicos foram realizados em três argilas diferentes que mostraram que o polímero aumentou a resistência mecânica das amostras a vários graus, dependendo do índice de plasticidade de cada solo. Variação em distribuições granulométricas do solo e limites de Atterberg foram avaliados e composições químicas foram estudados e comparados. Difração de raios-X (XRD), espectroscopia de raios-X de fluorescência (FRX), e energia dispersiva de fluorescência de raios-X (EDXRF) técnicas foram todos utilizados em conjunto com a identificação qualitativa dos agregados. Propagação de ondas de ultra-som foi encontrado para ser

uma técnica útil para auxiliar na determinação de características de encolhimento do solo e capacidade de aderência fibra-solo e resultados UPV correlacionados bem com as propriedades mecânicas medidos. O artigo analisa os diversos materiais de resíduos em diferentes composições que foram adicionados à matéria prima em diferentes níveis para criar tijolos tipo WCB. Observou-se uma melhora em termos de densidade mais leve, menor condutividade térmica e uma maior resistência a compressão de vários tijolos WCB, e que é uma opção para projetar a construção verde.

3.4.4.4 Produção de Tijolos de resíduos

No artigo sobre produção de tijolos com resíduos o autor Lianyang Zhang, do departamento de Engenharia Civil e Mecânica da Universidade do Arizona, Tucson, EUA (2013), trata sobre a produção de tijolos no mundo e da escassez de material de origem natural para a produção dos tijolos convencionais. Para o desenvolvimento sustentável e para a proteção ambiental, uma ampla variedade de materiais que são desperdiçados estão sendo estudados para produzir tijolos. Foram estudados diferentes métodos para a produção de tijolos a partir de resíduos e podem ser divididos em três categorias gerais: a queima, a cimentação e geopolymerização. A produção comercial destes tijolos ainda é limitada devido aos fatores como: contaminação dos resíduos, ausência de normas pertinentes e a aceitação do público. Para a produção e aplicação de tijolos de resíduos de largura, é necessária mais investigação e desenvolvimento, não só sobre os aspectos técnicos, econômicos e ambientais, mas também em matéria de normalização, a política do governo e da educação pública em relação à reciclagem de resíduos e de desenvolvimento sustentável.

Capitulo 4.

Materiais e

Métodos

4. MÉTODOS E MATERIAIS

4.1 Materiais Utilizados

Os materiais utilizados na realização deste trabalho foram: uma argila coletada na cidade de Encruzilhada, próxima a Vitória da Conquista, sudoeste da Bahia, material este com uma cor acinzentada, com presença de torrões e em pó, e com peso de aproximadamente 10 Kg, e outro material utilizado foi o resíduo de blocos e telhas cerâmicas vermelhas, material este proveniente de descarte de indústria cerâmicas da mesma região, entorno de 10Kg.

4.2 Métodos

Utilizando os materiais descritos no item 4.1, produziu-se algumas alíquotas e foram moldados corpos de prova que logo após foram ensaiados.

4.2.1 Obtenção das amostras naturais

As amostras da argila e do rejeito da indústria foram coletadas em uma indústria Cerâmica ou olaria na cidade de Encruzilhada, distante 90 Km da cidade de Vitória da Conquista, Bahia. Foram coletados aproximadamente 10 Kg de cada amostra.

Os resíduos de cerâmica vermelha, no caso aqui os blocos ou tijolos cerâmicos, foram também coletados na mesma indústria cerâmica da região, resíduos estes descartados na natureza e que não são reutilizados.

4.2.2 Preparação das amostras naturais e dos resíduos

A amostra da argila depois de seca na estufa com temperatura de 100°C, foi moída em um moinho de bolas com diâmetro igual a 18 cm, colocada no moinho 25% de material acima do volume das bolas e 50% do volume preenchido com bolas de diferentes diâmetros (4,2 cm e 2,6 cm). O ângulo de queda das esferas (β) foi de 70 a 85° que é o ângulo recomendado para moagem a seco, a rotação crítica (W_c) do moinho de bolas foi ajustada de acordo com a expressão $W_c = (60/2\pi)(2.g/D)^{1/2}$ onde D é o

diâmetro do moinho. Esta moagem ocorreu durante 24 horas. Os resíduos também foram britados e moídos de igual forma.

4.2.3 Preparação dos corpos de prova

Após as argilas serem moídas, as mesmas foram peneiradas na peneira Tyler de malha 80, depois pesadas 12 alíquotas de 15 g cada, e acrescida a elas 10% de umidade (1,5 ml de água deionizada por alíquota). Estas mesmas alíquotas permaneceram em um recipiente fechado por 24 horas para uma melhor homogeneização da umidade da alíquota. Feito isso as alíquotas foram para a prensagem uniaxial a seco, com 4 T para conformação final.

Foram preparados 12 corpos de prova somente com a argila natural, sem adição do resíduo para secagem a 110 °C e queima a 950 °C respectivamente, conforme figura 9. Logo após foram preparados mais quatro conjuntos de 12 corpos de prova com adição de 5%, 10%, 20% e 30% em massa de resíduos da indústria cerâmica.

Figura 9: Corpo de Prova de argila queimado a 950°

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.4 Secagem e queima dos corpos de prova

Após a preparação dos corpos de prova, os mesmos foram devidamente medidos com paquímetro em sua largura, comprimento e espessura, depois foram

pesados, e logo após secos em temperatura ambiente por 24 horas foram colocados em estufa a 110°C durante 24 horas e logo após queimados a 950°C conforme figura 10, temperatura esta comumente utilizada nas Indústrias Cerâmicas para fabricação dos seus produtos.

Figura 10: Forno para queima

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.5 Caracterização dos corpos de prova

As caracterizações dos corpos de prova foram efetuadas através de ensaios mecânicos e térmicos.

4.2.5.1 Ensaio de retração na queima nos corpos de prova durante a sinterização

Foram feitas medidas de largura, comprimento e espessura, antes e depois da sinterização para calcular a retração linear depois da sinterização, conforme figuras 11 e 12.

Figura 11: Corpos de prova de argila após conformação

Fonte: Acervo do autor (2014)

Figura 12: Corpos de prova de argila após sinterização

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.5.2 Ensaio de flexão em três pontos

Os corpos de prova após queimados e em forma de barras foram submetidos, ao ensaio de flexão em 03 pontos, em máquina universal de ensaios, prensa VERSAT 500, com aplicação de força de no máximo 500 Newtons, com escala de deslocamento de 40 mm e velocidade de deslocamento de 5%. O limite de resistência à

flexão foi calculado de acordo com a equação 2. A figura 13 mostra a realização do ensaio de flexão.

Figura 13: Ensaio de flexão em 3 pontos

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.5.3 Ensaio de absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente.

Os ensaios de absorção de água foram realizados de acordo com a norma da ABNT – NBR 13818, 1997. Com pesagem hidrostática dos corpos de prova conforme figura 14.

Figura 14: Pesagem hidrostática dos corpos de prova

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.5.4 Ensaio de limites de consistência

Foram realizados com as amostras de argila e rejeito ensaios de LL e LP, segundo a seguinte ordem: AM-L01 argila com 0% de rejeito; AM-L02 argila com 5% de rejeito; AM-L03 argila com 10% de rejeito; AM-L04 argila com 20% de rejeito e AM-L05 argila com 30% de rejeito.

4.2.5.5 Extrusão de corpos de prova

Foram preparados 22 CPs com 10% de rejeito para queima a 110°C e 950°C. Separou-se a argila para cerâmica vermelha e o resíduo da cerâmica queimada e este material foi levado para a extrusão de corpos de prova conforme figura 15, foram pesados 5400 g de argila moída (90%) e 600 g do rejeito (10%), misturou-se e a umidade foi levada a 18% com a adição de 1080 ml de água. Misturou-se manualmente até que a massa adquirisse uma umidade uniforme. Esta massa foi colocada na extrusora e foram confeccionados 25 corpos de prova. Estes corpos de prova foram marcados com

um instrumento cujo comprimento (que será o lo, ou comprimento básico) de 10,00 cm. Após a marcação e numeração de cada corpo de prova, todos eles foram pesados (figura 16). Logo após colocou-se os corpos de prova na estufa a 40°C durante 2 horas, e depois na estufa a 110°C por um período de 24 horas, os corpos de prova foram medidos e pesados individualmente colocados para queima até atingir a temperatura de 950°C conforme figura 17.

Figura 15: Extrusora para corpos de prova cerâmicos

Fonte: Acervo do autor (2014)

Figura 16: Corpos de prova cerâmicos extrudados

Fonte: Acervo do autor (2014)

Figura 17: Corpos de prova cerâmicos extrudados e sinterizados

Fonte: Acervo do autor (2014)

4.2.5.6 Análises térmicas

Foram realizadas a análise termogravimétrica (TG) e a análise térmica diferencial (DTA) em equipamento de análises térmicas modelo Netzch STA409c conforme figura 18.

Figura 18: Equipamento de análises térmicas

Fonte: Acervo do autor (2011)

4.2.5.7 Difração de raios-X

A difração de raios-X foi realizada nos laboratórios do Instituto de Minas em São Paulo/SP em equipamento marca Rigaku, modelo Diffractometer. Utilizaram-se os seguintes parâmetros na realização do ensaio: 40 KV, 20 mA, $10^\circ < \theta < 80^\circ$, $\Delta\theta = 0,02^\circ$ e radiação $\text{CuK}\alpha$.

4.2.5.8 Ensaio de absorção atômica

A absorção atômica foi realizada nos laboratórios da Universidade Presbiteriana Mackenzie, no Espectrofotômetro de Absorção Atômica Varian, modelo: AA-1275.

4.2.5.9 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia foi realizada em um aparelho MEV JEOL com EDS, sendo que as amostras serão recobertas com ouro para melhor produção de imagens. O EDS é para fazer a análise química e semi-quantitativa.

4.2.5.10 Microscopia Ótica.

A microscopia foi realizada em um aparelho Zeiss SISTEMI-2000C (usando software ZEN-2011).

As amostras utilizadas no microscópio Estereoscópio foram as seguintes: AM – 101 Argila Natural; AM – 102 Rejeito; AM -103 Corpos de prova com 0% de Rejeito; AM – 104 Corpos de prova com 5% de Rejeito; AM -105 Corpos de prova com 10% de Rejeito; AM – 106 Corpos de prova com 20% de Rejeito; e AM -107 Corpos de prova com 30% de Rejeito.

Capitulo 5.

Resultados e

Discussão

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Retração na secagem e na queima dos corpos de prova durante a sinterização

As tabelas abaixo mostram os resultados da retração na queima.

Tabela 1: Resultados da retração na secagem e queima dos corpos de prova com 0% de rejeito.

Corpos de prova	Moldados (cm)		Secos / Sinterizados (cm)		Temp. 0°	Variação percentual (%)	
	Peso(g)	Comp.	Peso (g)	Comp.		Peso (g)	Comp.
CP - A2	14,77	6,015	13,543	6,015	110	8,307	0
CP - A3	14,858	6,024	13,626	6,024	110	8,292	0
CP - A4	13,947	6,015	12,811	6,015	110	8,145	0
CP - A5	13,704	6,033	12,611	6,033	110	7,976	0
CP - A6	13,756	6,012	12,655	6,012	110	8,004	0
CP - A7	14,017	6,011	11,903	6,02	950	15,082	0,15
CP - A8	13,404	6,021	11,38	5,994	950	15,1	0,448
CP - A9	13,221	6,023	11,247	6,005	950	14,931	0,299
CP - A10	12,643	6,022	10,786	6,013	950	14,688	0,149
CP - A11	11,202	6,017	9,582	6,004	950	14,462	0,216
CP - A12	11,229	6,018	9,667	6,021	950	13,91	0,05

Médias	110	8,145	0,000
Médias	950	14,696	0,219

Retração linear média após secagem = 0,000

Retração linear média após queima = 0,219

Perda de massa após secagem = 8,145

Perda de massa após queima = 14,696

Tabela 2: Resultados da retração na secagem e queima dos corpos de prova com 5% de rejeito.

Corpos de prova	Moldados (cm)		Secos / Sinterizados (cm)		Temp. 0°	Variação percentual (%)	
	Peso(g)	Comp.	Peso (g)	Comp.		Peso (g)	Comp.
CP 05 -1	10,06	6,007	8,621	6,019	950	14,304	0,2
CP 05 -2	9,999	6,03	8,809	6,031	950	11,901	0,017
CP 05 -3	10,006	6,033	8,817	6,029	950	11,883	0,066
CP 05 -4	9,971	6,027	8,802	6,027	950	11,724	0
CP 05 -5	10,541	6,05	9,401	6,028	950	10,815	0,364
CP 05 -6	9,935	6,035	8,905	6,03	950	10,367	0,083
CP 05 -7	9,947	6,04	9,64	6,04	110	3,086	0
CP 05 -8	10,075	6,033	9,811	6,033	110	2,62	0
CP 05 -9	9,899	6,036	9,746	6,036	110	1,546	0
CP 05-10	9,935	6,038	9,852	6,038	110	0,835	0
CP 05-11	9,998	6,031	9,637	6,031	110	3,611	0
CP 05-12	9,941	6,029	9,563	6,029	110	3,802	0

Médias	950	11,832	0,122
Médias	110	2,583	0,000

Retração linear média após secagem = 0,000

Retração linear média após queima = 0,122

Perda de massa após secagem = 2,583

Perda de massa após queima = 11,832

Tabela 3: Resultados da retração na secagem e queima dos corpos de prova com 10% de rejeito.

Corpos de prova	Moldados (cm)		Secos / Sinterizados (cm)		Temp. 0°	Variação percentual (%)	
	Peso(g)	Comp.	Peso (g)	Comp.		Peso (g)	Comp.
CP 10 -1	10,015	6,03	8,71	6,026	950	13,03	0,066
CP 10 -2	9,928	6,049	8,634	6,022	950	13,034	0,446
CP 10 -3	10,233	6,031	8,922	6,023	950	12,811	0,133
CP 10 -4	10,057	6,03	8,767	6,027	950	12,827	0,05
CP 10 -5	9,994	6,021	8,721	6,021	950	12,738	0
CP 10 -6	10,287	6,024	9,013	6,025	950	12,385	0,017
CP 10 -7	10,195	6,03	9,633	6,03	110	5,513	0
CP 10 -8	9,951	6,027	9,444	6,027	110	5,095	0
CP 10 -9	10,025	6,033	9,554	6,033	110	4,698	0
CP 10-10	10,04	6,025	9,625	6,025	110	4,133	0
CP 10-11	9,945	6,029	9,616	6,029	110	3,308	0
CP 10-12	10,671	6,029	10,415	6,029	110	2,399	0

Médias	950	12,804	0,119
Médias	110	4,191	0,000

Retração linear média após secagem = 0,000

Retração linear média após queima = 0,119

Perda de massa após secagem = 4,191

Perda de massa após queima = 12,804

Tabela 4: Resultados da retração na secagem e queima dos corpos de prova com 20% de rejeito.

Corpos de prova	Moldados (cm)		Secos / Sinterizados (cm)		Temp. 0°	Variação percentual (%)	
	Peso(g)	Comp.	Peso (g)	Comp.		Peso (g)	Comp.
CP 20 -1	10,017	6,021	8,667	6,029	950	13,477	0,133
CP 20 -2	10,013	6,026	8,719	6,035	950	12,923	0,149
CP 20 -3	10,001	6,027	8,74	6,035	950	12,609	0,133
CP 20 -4	10,005	6,031	8,75	6,031	950	12,544	0
CP 20 -5	10,018	6,041	8,813	6,036	950	12,028	0,083
CP 20 -6	10,137	6,032	8,947	6,039	950	11,739	0,116
CP 20 -7	10,128	6,032	9,637	6,032	110	4,848	0
CP 20 -8	9,988	6,033	9,545	6,033	110	4,435	0
CP 20 -9	10,071	6,024	9,448	6,024	110	6,186	0
CP 20-10	10,037	6,025	9,432	6,025	110	6,028	0
CP 20-11	10,169	6,029	9,575	6,029	110	5,841	0
CP 20-12	10,312	6,033	9,716	6,033	110	5,78	0

Médias	950	12,553	0,102
Médias	110	5,520	0,000

Retração linear média após secagem = 0,000

Retração linear média após queima = 0,102

Perda de massa após secagem = 5,520

Perda de massa após queima = 12,553

Tabela 5: Resultados da retração na secagem e queima dos corpos de prova com 30% de rejeito.

Corpos de prova	Moldados (cm)		Secos / Sinterizados (cm)		Temp. 0°	Variação percentual (%)	
	Peso(g)	Comp.	Peso (g)	Comp.		Peso (g)	Comp.
CP 30 -1	10,241	6,031	8,955	6,036	950	12,557	0,083
CP 30 -2	10,172	6,025	8,905	6,035	950	12,456	0,166
CP 30 -3	10,095	6,028	8,862	6,036	950	12,214	0,133
CP 30 -4	10,149	6,035	8,951	6,036	950	11,804	0,017
CP 30 -5	10,196	6,025	8,903	6,038	950	12,681	0,216
CP 30 -6	10,126	6,029	8,902	6,042	950	12,088	0,216
CP 30 -7	10,047	6,03	9,39	6,03	110	6,539	0
CP 30 -8	10,072	6,075	9,436	6,075	110	6,315	0
CP 30 -9	10,085	6,036	9,47	6,036	110	6,098	0
CP 30-10	10,252	6,038	9,634	6,038	110	6,028	0
CP 30 -11	10,154	6,03	9,593	6,03	110	5,525	0
CP 30 -12	10,397	6,043	9,878	6,043	110	4,992	0

Médias	950	12,300	0,139
Médias	110	5,916	0,000

Retração linear média após secagem = 0,000

Retração linear média após queima = 0,139

Perda de massa após secagem = 5,916

Perda de massa após queima = 12,300

5.2 Flexão em 3 pontos

As tabelas abaixo mostram os resultados da flexão em três pontos.

Tabela 6: Resultados da Tensão de ruptura na Flexão de corpos de prova com 0% de rejeito.

Corpos de prova	Secos / Sinterizados (cm)				Temp.	Força de Ruptura(N)	Tensão de Ruptura (MPa)
	Peso (g)	Comp.	Largura	Espessura	0°		
CP - A2	13,543	6,015	2,03	0,569	110	Test	Testemunha
CP - A3	13,626	6,024	2,035	0,559	110	2,17	2,05
CP - A4	12,811	6,015	2,034	0,532	110	2,01	2,09
CP - A5	12,611	6,033	2,031	0,508	110	2,01	2,30
CP - A6	12,655	6,012	2,027	0,531	110	1,96	2,06
CP - A7	11,903	6,02	2,021	0,535	950	3,85	3,99
CP - A8	11,38	5,994	2,023	0,494	950	3,67	4,46
CP - A9	11,247	6,005	2,028	0,499	950	3,25	3,86
CP - A10	10,786	6,013	2,029	0,483	950	3,62	4,59
CP - A11	9,582	6,004	2,032	0,427	950	3,68	5,96
CP - A12	9,667	6,021	2,031	0,416	950	Test	Testemunha
Média					110		2,13
Média					950		4,57

Tabela 7: Resultados da Tensão de ruptura na Flexão de corpos de prova com 5% de rejeito.

Corpos de prova	Secos / Sinterizados (cm)				Temp.	Força de Ruptura(N)	Tensão de Ruptura (MPa)
	Peso (g)	Comp.	Largura	Espessura	0°		
CP 05 -1	8,529	5,919	1,991	0,370	950	Test	Testemunha
CP 05 -2	8,654	5,915	1,981	0,376	950	1,31	2,81
CP 05 -3	8,705	5,932	1,977	0,387	950	1,45	2,94
CP 05 -4	8,682	5,926	1,987	0,378	950	1,22	2,58
CP 05 -5	8,923	5,914	1,985	0,383	950	1,33	2,74
CP 05 -6	8,887	5,912	1,984	0,392	950	1,99	3,92
CP 05 -7	16,091	6,031	1,995	0,603	110	1,70	1,41
CP 05 -8	15,874	6,055	2,001	0,606	110	1,66	1,36
CP 05 -9	15,912	6,048	1,997	0,605	110	1,67	1,37
CP 05-10	15,992	6,005	1,997	0,612	110	1,61	1,29
CP 05-11	15,918	6,011	1,996	0,605	110	1,72	1,41
CP 05-12	17,231	6,014	1,995	0,398	110	Test	Testemunha
					110		1,37
					950		3,00

Tabela 8: Resultados da Tensão de ruptura na Flexão de corpos de prova com 10% de rejeito.

Corpos de prova	Secos / Sinterizados (cm)				Temp.	Força de Ruptura(N)	Tensão de Ruptura (MPa)
	Peso (g)	Comp.	Largura	Espessura	0°		
CP 10 -1	8,71	6,026	2,036	0,395	950	Test	Testemunha
CP 10 -2	8,634	6,022	2,042	0,403	950	1,68	3,04
CP 10 -3	8,922	6,023	2,03	0,381	950	1,17	2,38
CP 10 -4	8,767	6,027	2,028	0,39	950	1,46	2,84
CP 10 -5	8,721	6,021	2,03	0,386	950	1,18	2,34
CP 10 -6	9,013	6,025	2,034	0,416	950	0,88	1,50
CP 10 -7	9,633	6,03	2,039	0,419	110	0,54	0,91
CP 10 -8	9,444	6,027	2,036	0,409	110	0,69	1,22
CP 10 -9	9,554	6,033	2,035	0,418	110	0,73	1,23
CP 10-10	9,625	6,025	2,04	0,426	110	0,71	1,15
CP 10-11	9,616	6,029	2,042	0,405	110	0,93	1,67
CP 10-12	10,415	6,029	2,037	0,439	110	Test	Testemunha
Média					110		1,23
Média					950		2,42

Tabela 9: Resultados da Tensão de ruptura na Flexão de corpos de prova com 20% de rejeito.

Corpos de prova	Secos / Sinterizados (cm)				Temp.	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
	Peso (g)	Comp.	Largura	Espessura	0°		
CP 20 -1	8,667	6,029	2,04	0,394	950	1,38	2,61
CP 20 -2	8,719	6,035	2,04	0,396	950	0,84	1,58
CP 20 -3	8,74	6,035	2,034	0,402	950	0,69	1,26
CP 20 -4	8,75	6,031	2,037	0,39	950	0,43	0,83
CP 20 -5	8,813	6,036	2,04	0,391	950	0,46	0,88
CP 20 -6	8,947	6,039	2,036	0,413	950	Test	Testemunha
CP 20 -7	9,637	6,032	2,036	0,418	110	Test	Testemunha
CP 20 -8	9,545	6,033	2,041	0,426	110	Test	Testemunha
CP 20 -9	9,448	6,024	2,037	0,408	110	0,53	0,94
CP 20-10	9,432	6,025	2,039	0,404	110	0,75	1,35
CP 20-11	9,575	6,029	2,041	0,397	110	0,63	1,18
CP 20-12	9,716	6,033	2,038	0,411	110	0,56	0,98
Média					110		1,11
Média					950		1,43

Tabela 10: Resultados da Tensão de ruptura na Flexão de corpos de prova com 30% de rejeito.

Corpos de prova	Secos / Sinterizados (cm)				Temp.	Força de Ruptura(N)	Tensão de Ruptura (MPa)
	Peso (g)	Comp.	Largura	Espessura	0°		
CP 30 -1	8,955	6,036	2,038	0,411	950	Test	Testemunha
CP 30 -2	8,905	6,035	2,036	0,401	950	0,43	0,79
CP 30 -3	8,862	6,036	2,037	0,413	950	0,58	1,00
CP 30 -4	8,951	6,036	2,037	0,402	950	0,67	1,22
CP 30 -5	8,903	6,038	2,043	0,41	950	0,47	0,82
CP 30 -6	8,902	6,042	2,038	0,417	950	0,53	0,90
CP 30 -7	9,39	6,03	2,038	0,395	110	0,42	0,79
CP 30 -8	9,436	6,075	2,044	0,41	110	0,28	0,49
CP 30 -9	9,47	6,036	2,041	0,414	110	0,32	0,55
CP 30-10	9,634	6,038	2,036	0,411	110	0,43	0,75
CP 30-11	9,593	6,03	2,04	0,413	110	0,41	0,71
CP 30-12	9,878	6,043	2,048	0,439	110	Test	Testemunha
Média					110		0,66
Média					950		0,95

5.3 Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente.

As tabelas abaixo mostram os resultados da absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente.

Tabela 11: Argila com 0% de rejeito

Corpos de prova	Pesos (g) e Volumes (cm ³)				Temp.	Índices		
	Peso seco	Peso úmido	Peso imerso	Volume	0°	AA	PA	MEA
CP - A1	6,735	7,198	4,030	3,476	950	6,875	14,615	2,13
CP - A7	6,133	6,968	3,840	3,268	950	13,615	26,694	1,96
CP - A8	5,473	6,226	3,437	2,893	950	13,758	26,999	1,96
CP - A9	5,383	6,104	3,382	2,784	950	13,394	26,488	1,98
CP - A10	5,519	6,257	3,470	3,023	950	13,372	26,480	1,98
CP - A11	4,725	5,348	2,971	2,535	950	13,185	26,210	1,99
Médias						13,465	26,574	1,97

Tabela 12: Argila com 5 % de rejeito

Corpos de prova	Pesos (g) e Volumes (cm ³)				Temp.	Índices		
	Peso seco	Peso úmido	Peso imerso	Volume	0°	AA	PA	MEA
CP 05 -1	2,979	3,384	1,844	1,660	950	13,595	26,299	1,93
CP 05 -2	4,468	5,154	2,772	2,380	950	15,354	28,799	1,87
CP 05 -3	4,183	4,873	2,598	2,290	950	16,495	30,330	1,84
CP 05 -4	4,530	5,207	2,827	2,489	950	14,945	28,445	1,90
CP 05 -5	4,991	5,751	3,188	2,725	950	15,227	29,653	1,95
Médias						15,123	28,705	1,90

Tabela 13: Argila com 10% de rejeito

Corpos de prova	Pesos (g) e Volumes (cm ³)				Temp.	Índices		
	Peso seco	Peso úmido	Peso imerso	Volume	0°	AA	PA	MEA
CP 10 -2	4,784	5,437	2,983	2,699	950	13,650	26,610	1,95
CP 10 -3	4,623	5,301	2,879	2,629	950	14,666	27,993	1,91
CP 10 -4	5,388	6,114	3,390	2,881	950	13,474	26,652	1,98
CP 10 -5	4,600	5,213	2,902	2,441	950	13,326	26,525	1,99
CP 10 -6	5,569	6,331	3,502	2,778	950	13,683	26,935	1,97
Médias						13,760	26,943	1,96

Tabela 14: Argila com 20 % de rejeito

Corpos de prova	Pesos (g) e Volumes (cm ³)				Temp.	Índices		
	Peso seco	Peso úmido	Peso imerso	Volume	0°	AA	PA	MEA
CP 20 -1	5,111	5,848	3,229	2,843	950	14,420	28,141	1,95
CP 20 -2	4,922	5,637	3,092	2,672	950	14,527	28,094	1,93
CP 20 -3	4,750	5,453	2,982	2,611	950	14,800	28,450	1,92
CP 20 -4	4,509	5,271	2,827	2,543	950	16,900	31,178	1,84
CP 20 -5	4,639	5,336	2,914	2,644	950	15,025	28,778	1,91
Médias						15,134	28,928	1,91

Tabela 15: Argila com 30% de rejeito

Corpos de prova	Pesos (g) e Volumes (cm ³)				Temp.	Índices		
	Peso seco	Peso úmido	Peso imerso	Volume	0°	AA	PA	MEA
CP 30 -2	4,842	5,618	3,034	2,667	950	16,026	30,031	1,87
CP 30 -3	4,328	5,062	2,706	2,436	950	16,959	31,154	1,84
CP 30 -4	4,727	5,456	2,967	2,586	950	15,422	29,289	1,90
CP 30 -5	5,045	5,821	3,162	2,783	950	15,382	29,184	1,90
CP 30 -6	4,291	5,071	2,681	2,472	950	18,178	32,636	1,79
Médias						16,393	30,459	1,86

5.4 Granulometria da argila.

Foi realizado o ensaio de granulometria de solo por peneiramento e sedimentação da argila segundo a NBR 7181/84, obtendo-se o gráfico de distribuição granulométrica conforme figura 19 e a sua classificação segundo a NBR 6502/95, conforme figura 20, como se segue:

Figura nº 19 – Distribuição granulométrica da argila

Fonte: acervo do autor (2015)

CLASSIFICAÇÃO - NBR 6502/95								
Argila (%)	SILTE (%)	AREIA (%)			PEDREGULHO (%)			Total
		39,16			0,00			
		FINA	MEDIA	GROSSA	FINO	MEDIO	GROSSO	
38,06	22,77	27,66	11,11	0,39	0,00	0,00	0,00	100,00
0,002	0,06	0,2	0,6	2	6	20	60	
DIÂMETRO DAS PARTÍCULAS (mm)								

Figura nº 20– Classificação da argila

Fonte: acervo do autor (2015)

5.5 Limites de Consistência

As amostras de argila e rejeito para os ensaios de Limite de Plasticidade (LP), apresentaram os seguintes resultados: AM-L01 argila com 0% de rejeito LP = 19,44%; AM-L03 argila com 10% de rejeito LP= 19,43 %; AM-L04 argila com 20% de rejeito LP = 19,09 % e AM-L05 argila com 30% de rejeito LP= 19,75%.

5.6 Corpos de prova extrudados com a argila e 10% de rejeito

Como dito anteriormente, foram moldados ou extrudados 25 corpos de prova utilizando a argila natural e o acréscimo de 10% de rejeito para a fabricação de um novo produto cerâmico. Estes CPs após a secagem a 110° e queima a 950°, foram devidamente ensaiados e obteve-se os seguintes resultados conforme as tabelas 16 e 17.

5.6.1 – Variação de peso e retração após a secagem.

Tabela 16: Variação de peso e retração após secagem a 110°C de corpos de prova extrudados.

C P	Peso após a moldagem (g)	Lo	Peso após a secagem 110°C (g)	L1 - 110°C (cm)	Variação peso após secagem (%)	Variação comp. após secagem (%)
CP 01	133,80	10,00	110,30	9,71	17,56	2,90
CP 02	133,70	10,00	110,00	9,644	17,73	3,56
CP 03	131,80	10,00	108,00	9,588	18,06	4,12
CP 04	133,60	10,00	109,70	9,477	17,89	5,23
CP 05	128,90	10,00	105,80	9,547	17,92	4,53
CP 06	155,20	10,00	126,40	9,608	18,56	3,92
CP 07	144,90	10,00	119,00	9,582	17,87	4,18
CP 08	138,60	10,00	113,80	9,56	17,89	4,40
CP 09	124,70	10,00	101,90	9,587	18,28	4,13
CP 10	124,40	10,00	102,20	9,576	17,85	4,24
CP 11	141,50	10,00	116,10	9,58	17,95	4,20
CP 12	132,60	10,00	108,20	9,542	18,40	4,58
CP 13	117,50	10,00	96,70	9,508	17,70	4,92
CP 14	157,90	10,00	129,10	9,547	18,24	4,53
CP 15	129,30	10,00	106,00	9,473	18,02	5,27
CP 16	150,50	10,00	122,90	9,577	18,34	4,23
CP 17	156,90	10,00	128,40	9,582	18,16	4,18
CP 18	155,70	10,00	127,60	9,589	18,05	4,11
CP 19	139,00	10,00	113,70	9,635	18,20	3,65
CP 20	109,20	10,00	89,90	9,56	17,67	4,40
CP 21	141,50	10,00	114,20	9,576	19,29	4,24
CP 22	128,80	10,00	106,10	9,528	17,62	4,72
CP 23	119,30	10,00	97,00	9,512	18,69	4,88
CP 23 A	139,80	10,00	115,00	9,632	17,74	3,68
CP 24	141,40	10,00	116,00	9,518	17,96	4,82
				Média	18,07	4,30
				Desvio Padrão	0,37	0,51

Obs.: Lo = comp inicial = 10 cm

L1 = comp. Após a secagem a 110°C

5.6.2 - Variação de peso e retração após a sinterização de corpos de prova extrudados

Tabela 17: Variação de peso e retração após queima a 950°C de corpos de prova extrudados

C P	Peso após a moldagem (g)	Lo	Peso após a queima a 950°C (g)	L2 - 950°C (cm)	Variação peso após queima (%)	Variação comp. após queima (%)
CP 13	117,50	10,00	91,10	9,50	22,47	5,02
CP 14	157,90	10,00	121,60	9,58	22,99	4,23
CP 15	129,30	10,00	99,80	9,42	22,82	5,79
CP 16	150,50	10,00	115,70	9,59	23,12	4,12
CP 17	156,90	10,00	121,00	9,61	22,88	3,90
CP 18	155,70	10,00	120,20	9,56	22,80	4,43
CP 19	139,00	10,00	107,10	9,58	22,95	4,18
CP 20	109,20	10,00	84,60	9,53	22,53	4,67
CP 21	141,50	10,00	107,60	9,61	23,96	3,90
CP 22	128,80	10,00	99,90	9,54	22,44	4,59
CP 23	119,30	10,00	91,30	9,48	23,47	5,19
CP 23 A	139,80	10,00	108,30	9,62	22,53	3,80
CP 24	141,40	10,00	109,20	9,55	22,77	4,53
				Média	22,90	4,49
				Desvio Padrão	0,28	0,41

Obs.: L2 = comprimento após a queima a 950°C

5.6.3 – Determinação da Tensão de ruptura de corpos de prova extrudados

Considerando que o corpo de prova extrudado tem uma largura média de 2,76 cm e espessura de 1,76 cm para os corpos de prova a 110°C e uma largura média de 2,71 cm e espessura de 1,75 cm para os corpos de prova a 950°C, encontrou-se os seguintes resultados conforme as tabelas 18 e 19.

Tabela 18: Tensão de ruptura a 110°C de corpos de prova extrudados

C P	Temperatura (°C)	Força de ruptura (N)	Força de ruptura (Kgf)	Tensão de ruptura (Kgf/cm²)	Tensão de ruptura (MPa)
CP 01	110	170	17,34	30,42327	3,042327
CP 02	110	129	13,16	23,0894	2,30894
CP 03	110	182	18,56	32,56378	3,256378
CP 04	110	181	18,46	32,38833	3,238833
CP 06	110	151	15,4	27,01952	2,701952
CP 07	110	198	20,2	35,44118	3,544118
CP 08	110	173	17,65	30,96717	3,096717
CP 09	110	166	16,93	29,70392	2,970392
CP 10	110	163	16,63	29,17757	2,917757
CP 11	110	163	16,63	29,17757	2,917757
CP 05	110	Testemunha			
CP 12	110	Testemunha			
Média		167,6			2,999517

Tabela 19: Tensão de ruptura a 950°C de corpos de prova extrudados

C P	Temperatura (°C)	Tensão de ruptura (N)	Tensão de ruptura (Kgf)	Tensão de ruptura (Kgf/cm²)	Tensão de ruptura (MPa)
CP 14	950	229	23,36	40,98545	4,098545
CP 16	950	239	24,38	42,77505	4,277505
CP 17	950	258	26,32	46,17881	4,617881
CP 18	950	264	26,93	47,24906	4,724906
CP 19	950	232	23,66	41,5118	4,15118
CP 21	950	214	21,83	38,30104	3,830104
CP 22	950	264	26,93	47,24906	4,724906
CP 24	950	276	28,15	49,38957	4,938957
CP 13	950	Testemunha			
CP 23	950	Testemunha			
Média		249,5714			4,466491

Obs.: Os CP05, CP12, CP13 e CP23, ficaram como testemunhas.

5.6.4 – Determinação da Porosidade aparente e a absorção de água de corpos de prova extrudados.

Foi determinada a porosidade aparente e a absorção de água dos corpos de prova extrudados e encontrou-se os seguintes resultados conforme a tabela 20.

Tabela 20: Porosidade aparente e a absorção de água a 950°C de corpos de prova extrudados

C P	Temperatura (°C)	Peso seco (g)	Peso umido (g)	Peso hidrostático (g)	AA (%)	PA (%)
CP 14	950	49,04	56,74	28,76	15,71	27,53
CP 16	950	59,93	69,27	35,10	15,58	27,32
CP 17	950	61,09	70,67	35,88	15,69	27,55
CP 18	950	63,19	73,18	37,12	15,80	27,69
CP 19	950	56,10	65,10	32,74	16,05	27,82
CP 21	950	54,08	62,67	31,44	15,88	27,50
CP 22	950	42,47	49,21	25,06	15,87	27,90
CP 24	950	55,01	63,73	32,29	15,85	27,73
CP 23 A	950	46,49	54,26	27,20	16,72	28,72
Média					15,90	27,75

5.7 Análises térmicas.

Foram realizados os ensaios de análises termogravimétrica (TG) e a (DTA), nas amostras da argila natural conforme figura 21 e nas do rejeito de cerâmica vermelha conforme figura 22.

5.7.1 TG e DTA da Argila natural

Figura 21: TG e DTA da argila natural

Fonte: Acervo do autor (2014)

5.7.2 TG e DTA do Rejeito Cerâmica Vermelha

Figura 22: TG e DTA do rejeito cerâmica vermelha

Fonte: Acervo do autor (2014)

5.8 Difração de raios-X.

Foram realizados os ensaios de difração de raios X com amostra de argila natura e com o rejeito da Indústria Cerâmica.

O difratograma obtido (cor vermelha), onde são analisadas as linhas de difração correspondentes às fases identificadas (cada fase em uma cor distinta) é apresentado abaixo.

5.8.1 DRX da Argila natural:

Tabela 21: DRX argila natural

Resultado DRX :

ICDD	Nome do composto	Fórmula Química
01-086-1629	Quartzo	SiO_2
01-074-1784	Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$
00-019-0932	Microclínio	KAlSi_3O_8
01-076-1819	Albita	$\text{Na}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$
01-075-0948	Muscovita	$\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Difratograma:

Figura 23: Curva de difração de raios x da argila natural

Fonte: Acervo do autor (2014)

5.8.2 DRX do Rejeito cerâmica vermelha:

Tabela 22: DRX rejeito cerâmica vermelha

Resultado DRX :

ICDD	Nome do composto	Fórmula Química
01-086-1629	Quartzo	SiO_2
00-019-0932	Microclínio	KAlSi_3O_8
01-076-1819	Albita	$\text{Na(AlSi}_3\text{O}_8)$
00-007-0025	Muscovita	$\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$

Difratograma:

Figura 24: Curva de difração de raios x do rejeito cerâmica vermelha

Fonte: Acervo do autor (2014)

5.9 Análise Química

A análise química foi realizada e os teores apresentados foram determinados por análise sem padrões (*standardless*) dos elementos químicos detectados, de flúor a urânio, em espectrômetro por fluorescência de raios X Axios Advanced, marca PANalytical. Perda ao fogo (PF) efetuada a 1.050°C por 1h. Foram realizada análise química da argila natural conforme tabela 24 e do rejeito cerâmica vermelha conforme tabela 25.

5.9.1 Análise Química da argila natural

Tabela 23: FRX argila natural

Resultado FRX :

Amostra	Argila Natural
Na ₂ O	0,490
MgO	0,946
Al ₂ O ₃	20,1
SiO ₂	60,6
P ₂ O ₅	0,076
SO ₃	0,075
Cl	0,090
K ₂ O	2,49
CaO	0,288
TiO ₂	0,850
V ₂ O ₅	0,025
Cr ₂ O ₃	0,052
MnO	0,042
Fe ₂ O ₃	6,75
NiO	0,013
ZnO	0,012
Ga ₂ O ₃	<0,001
Rb ₂ O	0,017
SrO	0,004
Y ₂ O ₃	0,007
ZrO ₂	0,055
Nb ₂ O ₅	0,012
BaO	0,055
PbO	<0,001
PF	6,96

5.9.2 Análise Química do rejeito cerâmica vermelha

Tabela 24: FRX rejeito cerâmica vermelha

Resultado FRX:

Amostra	Rej. Cerâm. Vermelha
Na ₂ O	0,445
MgO	0,905
Al ₂ O ₃	21,6
SiO ₂	64,2
P ₂ O ₅	0,071
SO ₃	0,039
Cl	0,019
K ₂ O	2,45
CaO	0,275
TiO ₂	1,04
V ₂ O ₅	<0,001
Cr ₂ O ₃	0,061
MnO	0,049
Fe ₂ O ₃	7,30
NiO	0,009
ZnO	0,012
Ga ₂ O ₃	0,008
Rb ₂ O	0,017
SrO	0,006
Y ₂ O ₃	0,008
ZrO ₂	0,054
Nb ₂ O ₅	0,012
BaO	<0,001
PbO	0,008
PF	1,39

5.10 Absorção atômica

Após o ensaio de absorção atômica, foram encontrados os seguintes elementos:

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = 22,67\%$$

$$\text{CaO} = 0,72\%$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 2,73\%$$

$$\text{K}_2\text{O} = 1,03\%$$

MgO = 1,18%

SiO₂ = 64,8%.

5.11 Microscopia eletrônica de varredura

Imagem de microscopia eletrônica de Varredura conforme figuras 25, 27, 28 e 29, com os seu respectivo EDS da argila e do resíduo de cerâmica vermelha conforme figuras 26, e 30.

Figura 25: MEV da argila
Fonte: Mackenzie (2015)

Live Time: 30.0 sec.

Acc.Voltage: 20.0 kV Take Off Angle: 35.9 deg.

Detector: UltraDry

Quantitative Results for: Base(900)

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %
C K	1178	9.64	16.47
O K	24450	37.31	47.84
Na K	577	0.45	0.40
Mg K	1716	0.66	0.55
Al K	43327	15.01	11.41
Si K	66663	25.88	18.90
K K	4762	2.15	1.13
Ti K	1510	1.02	0.44
Fe K	6833	7.02	2.58
Cu K	511	0.86	0.28
Total		100.00	100.00

Figura 26: EDS da argila

Fonte: Mackenzie (2015)

Figura 27: MEV da argila 20000 x
Fonte: Mackenzie (2015)

Figura 28: MEV da argila 1000 x
Fonte: Mackenzie (2015)

Imagem de microscopia eletrônica de Varredura com os seu respectivo EDS do rejeito de cerâmica vermelha.

Figura 29: MEV da cerâmica vermelha
Fonte: Mackenzie (2015)

Live Time: 30.0 sec.

Acc.Voltage: 20.0 kV Take Off Angle: 35.9 deg.

Detector: UltraDry

Quantitative Results for: Base(902)

Element Line	Net Counts	Weight %	Atom %
C K	1484	10.10	18.40
O K	20498	30.58	41.83
Na K	289	0.22	0.21
Mg K	10754	3.99	3.59
Al K	31991	11.15	9.04
Si K	62823	22.45	17.49
K K	13868	5.55	3.10
Ti K	2093	1.26	0.58
Fe K	15920	14.70	5.76
Total		100.00	100.00

Figura 30: MEV da cerâmica vermelha
Fonte: Mackenzie (2015)

Figura 29: MEV da cerâmica vermelha – 30x
Fonte: Mackenzie (2015)

Figura 32: MEV da cerâmica vermelha - 3500 x
Fonte: Mackenzie (2015)

5.12 Microscopia ótica

Foram realizados ensaios de microscopia ótica e obteve-se as seguintes imagens conforme figuras 33 a 39:

Figura 33: AM 101 – Argila natural 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 34: AM 102 – Rejeito 40x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 35: AM 103 – Corpo de prova com 0% de rejeito 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 36: AM 104 – Corpo de prova com 5% de rejeito 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 37: AM 105 – Corpo de prova com 10% de rejeito 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 38: AM 106 – Corpo de prova com 20% de rejeito 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Figura 39: AM 107 – Corpo de prova com 30% de rejeito 100x

Fonte: Acervo do autor (2015)

Capítulo 6.

Análise dos

Resultados

6. ANÁLISES DOS RESULTADOS

6.1 Retração na queima nos corpos de prova prensados durante a sinterização

Os resultados da retração na queima mostram que para os corpos de prova sem adição de rejeito houve uma variação no peso de 8,14% para os corpos secos a 110°C e de 14,69% para os corpos queimados a 950°C. Para os corpos de prova com adição de 5% de rejeito houve uma variação de 2,58% para os corpos secos a 110°C e de 11,84% para os corpos queimados a 950°C. Para os corpos de prova com adição de 10% de rejeito houve uma variação de 4,19% para os corpos secos a 110°C e de 12,80% para os corpos queimados a 950°C. Para os corpos de prova com adição de 20% de rejeito houve uma variação de 5,52% para os corpos secos a 110°C e de 12,55% para os corpos queimados a 950°C.

Para os corpos de prova com adição de 30% de rejeito houve uma variação de 5,92% para os corpos secos a 110°C e de 12,30% para os corpos queimados a 950°C. Verificou-se que a variação de peso no geral tanto nos corpos de prova sem adição de resíduos quanto nos com resíduos, se mantiveram relativamente próximas a exceção dos corpos de prova com adição de 5%. Percebeu-se também que as variações de comprimento, largura e espessura foram pequenas, se aproximando de 0%, talvez pelo fato dos corpos de prova serem relativamente pequenos. Também ficou constatado que o acréscimo de resíduos não teve influência significativa nestes resultados.

Figura 40: Gráfico de retração linear após queima dos corpos de prova prensados

Figura 41: Gráfico de perda de massa após secagem dos corpos de prova prensados

Figura 42: Gráfico de perda de massa após queima dos corpos de prova prensados

6.2 Flexão em três pontos

Os resultados deste ensaio mostraram que a resistência média para corpos de prova sinterizados a 950°C foi de 4,57 MPa com 0% de rejeito, 1,86 MPa com 5% de rejeito, 2,42 MPa com 10% de rejeito, 1,43 MPa com 20% de rejeito e 0,95 MPa com 30% de rejeito. Percebeu-se que o valor com 5% ficou muito baixo, foram então moldados novos corpos de prova com 5% de rejeito, ensaiado e obtendo um valor médio de 2,99 MPa. E assim percebeu-se que estes valores estavam mais coerentes. Segundo a NBR15270/1 (ABNT) a resistência a compressão para blocos usados com furos na horizontal deve ser $\geq$ a 1,5 MPa e com furos na vertical deve ser $\geq$ a 3,0 MPa.

Figura 43: Gráfico de flexão em três pontos de corpos de prova prensados

6.3 Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente.

Os resultados destes ensaios mostraram que as médias de absorção de água, foram de 13,46 para 0% de rejeito, 15,12 para 5% de rejeito, 13,76 para 10% de rejeito, 15,13 para 20% de rejeito e 16,39 para 30% de rejeito. Nota-se um pequeno aumento da absorção de água com o acréscimo do rejeito, mas como a absorção de água para blocos de alvenaria estrutural não deve ser inferior a 8% e nem superior a 25% segundo a NBR 15270/1(ABNT), todas as misturas atendem a este requisito. Quanto a massa específica aparente e a porosidade aparente os valores encontrados se mantiveram bem próximos não sendo influenciados pelo acréscimo do rejeito.

Figura 44: Gráfico de absorção de água de corpos de prova prensados

6.4 Limites de Consistência.

Os resultados dos limites de Consistência nos mostram que o comportamento da argila com a adição do rejeito não se altera (em torno de 19%), depois do acréscimo de até 30%, concluindo assim que o rejeito não alterou substancialmente a plasticidade da argila e portanto não influenciará na utilização deste rejeito.

Figura 45: Gráfico de limite de plasticidade de corpos de prova prensados

6.5 Extrusão dos corpos de prova.

Na extrusão dos corpos de prova nota-se que o comportamento da massa cerâmica com o rejeito e sem o rejeito são compatíveis com a moldagem dos mesmos, ou seja, ambos foram extrudados com as mesmas características de plasticidade, e consistência. Quanto aos resultados obtidos nos diversos corpos de prova, observa-se que a variação de peso (de 18,07% para 110°C e 22,9 % para 950°C) e a retração a secagem (de 4,30% para 110°C e 43,49% para 950°C) foram semelhantes após a secagem e tiveram um aumento após a sinterização; quanto a resistência a flexão nestes corpos de prova (de 2,99 Mpa para 110°C e 4,47 Mpa para 950°C) ela foi superior aos outros corpos de prova prensados, isto indica que para a fabricação de tijolos maciços, o percentual de incorporação do rejeito poderá ser ainda maior; quanto a absorção de água os valores (média de 15,90 %) estão próximos aos corpos-de-prova prensados e de acordo com a norma NBR 15270/1(ABNT) a absorção de água para blocos de alvenaria estrutural não deve ser inferior a 8% e nem superior a 25%.

6.6 Análise térmica e química.

Na análise térmica e química nota-se que tanto na argila natural quanto no rejeito da cerâmica vermelha os principais componentes químicos encontrados são a sílica (SiO_2) com pouco mais de 60%, a alumina (Al_2O_3) com pouco mais de 20% e o óxido de ferro (Fe_2O_3) com pouco mais de 6%, e que confere ao produto uma cor avermelhada depois da sinterização. A perda ao fogo na argila natural foi consideravelmente maior (6,96%) em relação ao rejeito (1,39%), devido a presença de matéria orgânica na argila enquanto que o rejeito foi sinterizado em altas temperaturas tendo-se, assim, a perda correspondente à perda de hidroxilas.

6.7 Microscopia eletrônica de varredura.

Na microscopia eletrônica de varredura da argila natural nota-se os grãos de argila presentes bem como sua arrumação, nos difratogramas da argila natural e do rejeito, nota-se uma grande semelhança entre os mesmos e os picos característicos em

ambas as amostras relativos aos elementos químicos presentes na amostra que foram a Sílica, a Alumina, o Ferro e outros mais.

6.8 Microscopia ótica.

Na microscopia da argila natural, nota-se a presença de grãos de sílica e que os mesmos ficam bastante perceptíveis na microscopia do rejeito, grãos estes que estão presentes nas demais microscopias.

Na microscopia do corpo-de-prova com 0% de rejeito nota-se uma estrutura bem compactada, com alguns poros e com aspecto semelhante as demais microscopias. Nota-se ainda que nas micrografias dos corpos-de-prova com 20% e 30% de rejeito, a presença de grãos maiores de sílica, provavelmente por alguma falha no processo de peneiramento do rejeito.

Nas microscopias óticas nota-se ainda a grande quantidade de Silica presente nas amostras que está compatível com os resultados de absorção atômica e análises químicas.

Capitulo 7

Conclusão

7. CONCLUSÃO

Encontrou-se um percentual em torno de 5 a 10% de rejeito para o reaproveitamento de resíduos de cerâmica vermelha, para a composição de um novo produto cerâmico obtido a partir destas misturas (resíduos + argilas), o que proporcionará economia na quantidade de matéria prima na fabricação deste novo produto cerâmico e diminuirá o desperdício de produtos cerâmicos que são diariamente descartados na natureza. Concluimos também que através dos resultados dos corpos de prova extrudados este percentual de rejeito poderá ser ainda maior, para a fabricação de tijolos maciços.

Capítulo 8.

Referências

da Literatura

8. REFERÊNCIAS DA LITERATURA

ALBERS, A. P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O.; Um Método Simples de Caracterização de Argilominerais por Raios X. *Cerâmica*. V. 48, n. 305, p. 35-37, 2002.

ASKELAND, D. R., PHULÉ, P. P.; *Ciência e Engenharia dos Materiais*. 1 ed. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

ASTM D790 – Standard Specification for Laminated Thermosetting Materials.

AUFFAN, M.; ROSE, J.; BOTERO, J. Y.; LOWRY, G. V.; JOLIVET, J. P.; WIESNER, M. R.; Towards a Definition of Inorganic Nanoparticles from an Environmental, Health and Safety Perspective. *Nature Nanotechnology*. v. 4, Outubro 2009, p. 634-641, 2009.

BARBOSA, R.; ARAÚJO, E. M.; MELO, T. J. A.; ITO, E. I.; Preparação de Argilas Organofílicas e Desenvolvimento de Nanocompósitos de Polietileno. Parte 2: Comportamento de Inflamabilidade. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. V. 17, n. 2, p. 104-112, 2007.

BARSOUM, M.D. *Fundamentals of Ceramics*. 2 ed. New York: Taylor & Francis, 2003.

BEZERRA, I.M.T.; SOUZA, J.; CARVALHO, J.B.Q. de.; NEVES, G.A.; Aplicação da cinza da casca do arroz em argamassas de assentamento. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental* v.15, n.6, p.639–645, 2011.

BRINKER, C. J.; SCHERES, G. W.; *Sol-Gel Science – The Physics and Chemistry of Sol-Gel Process*. 1 ed. San Diego: Academic Press Inc, 1990.

CALLISTER, W. D.; *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 5 ed. Rio de Janeiro:Ed. LTC, 2002.

CAPUTO, H. P.; *Mecânica dos Solos e suas aplicações*, LTC, Vol. 1, 6ª ed. Rio de Janeiro, 2011.

CHAWLA, K.K.; *Composite Materials*. 2 ed. New York: Springer, 1998.

COELHO, C. P. D.; *Obtenção e Caracterização de Nanocompósitos de Poliestireno e Argilas Esmedtíticas*. Dissertação de Mestrado - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

CRUZ, S; *Moldes de Injeção: Termoplásticos, Termofixos, Zamak, Sopro e Alumínio*. 2 ed. Curitiba: Hemus, 2002.

CUTRIM, A.A.; MARTÍN-CORTÉS, G.R.; VALENZUELA-DÍAZ, F.R.; *Bentonitas da Paraíba*. 1 ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2015.

DULTRA, E. J. V.; *Incorporação de cinzas da casca de café na produção de placas cerâmicas para revestimento*. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Rio Grande do Norte, 2010.

FALÇÃO BAUER, L.A. ; *Materiais de Construção*. Vol. 1, 5ª Edição Revisada. Rio de Janeiro: Ed. LTC, 2005.

FARIA, K. C. P.; GURGEL, R. F.; HOLANDA, J. N. F., *Caracterização de massa cerâmica vermelha incorporada com resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar*. 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, Campos do Jordão, SP, 2010.

GIOLITO, I.; IONASHIRO, M.A. *Nomenclatura, padrões e apresentação dos resultados em análise térmica*. Cerâmica, v 26, n. 121, p. 17-24, 1980.

GOMES, C.F.; ARGILAS, *O que são e para que servem*. Fundação Calouste Gulbenkian. Lisboa, 1986.

HARRIS, D. C.; *Análise Química Quantitativa*, 6 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2005.

LIANYANG ZHANG. Production of bricks from waste materials – A review. *Construction and Building Materials* 47 (2013) 643–655.

MACIEL, T. B.; A utilização de resíduos da construção civil para produção de cerâmica vermelha. 3º Setepam – Seminário de Tecnologia e Pesquisas Ambientais, Senai, São Bernardo do Campo, São Paulo, 2008.

MENEZES, R. R.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. de A.; FERREIRA, H. C.; Uso de rejeitos de granitos como matérias-primas cerâmicas. *Revista Cerâmica*, 48, 2002.

MONTEIRO, W. A.; BUSO, S. J.; *Caracterização de Materiais por Métodos Físicos – Técnicas Experimentais e Aplicações Práticas*. São Paulo: Edição do Autor, 200?.

MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D.; *Análise Térmica de Materiais*. 1 ed. Rio de Janeiro: iEditora, 2002.

MUNHOZ JR, A.H., MACEDO, J. M.; MIRANDA, L. F., FALDINI, S.B., COUTO, A. A.; Correlação entre Síntese e Propriedades Mecânicas de Cerâmicas de Alumina Obtidas a Partir de Pós de Pseudoboemita. *51º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, 2007.

NBR 15270 – Componentes Cerâmicos.

NBR 7181/84 – Solo – Análise Granulométrica.

NBR 6502/95 – Rochas e solo.

NBR 6459/84 – Solo – determinação do Limite de Liquidez.

NBR 7180/84 – Solo – determinação do Limite de Plasticidade.

NBR 7183/82 – Determinação do Limite e relação de contração de solos.

NBR 13818/97 – Placas cerâmicas para revestimento – Especificação e métodos de ensaio.

NUNES, D.A.; CARREGOSA, J.D.C.; BARRETO, L.S.; ACCHAR, W.; OLIVEIRA, R.M.P.B., Efeito da adição de cascalho sintético em massas de cerâmica vermelha. 59° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Barra dos Coqueiros - SE, 2015.

PADILHA, A. F.; *Materiais de Engenharia – Microestrutura e Propriedades*. 1 ed. São Paulo: Hemus, 1997.

PAIVA, L. B.; MORALES, A. R.; DÍAZ, F. R. V.; Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização. *Cerâmica*. v. 54, p. 213-226, 2008.

QUINTANA, L.M H.; SOARES, J.M.D.; FRIZZO, P.P.; Bohrer, L.D., Utilização da cinza da casca de arroz na produção de cerâmica vermelha. 43° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis - SC, 1999.

RAHAMAN, M.N.; *Ceramic Processing and Sintering*. 2 ed. Florida: Taylor & Francis, 2003.

RAUT, S.P.; RALEGAONKAR, R.V.; MANDAVGANE, S.A. Development of sustainable construction material using industrial and agricultural solid waste: A review of waste-create bricks. *Construction and Building Materials*, 2011.

RÊGO, V.R.; SOARES, R.A.L., Avaliação da incorporação da escória de aciaria em massa cerâmica utilizada na produção de telhas. 59° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Barra dos Coqueiros - SE, 2015.

SHACKELFORD, J. F.; *Ciência dos Materiais*. 6 ed. São Paulo: Pearson Education, 2008.

SOUZA SANTOS, P. Ciência e Tecnologia de Argilas. Edgard Blucher, Vol. 1, 2 e 3, SP, 1992.

WIECK, ROGERIO., DUAILIBI Fh, JAMIL.; Extrusão em Cerâmica Vermelha: Princípios Básicos, Problemas e Soluções. Revista Cerâmica Industrial, Maio/Junho 2013.

ZANELATO, E.B.; AZEVEDO, A.R.G.; ALEXANDRE, J.; XAVIER, G.C.; SILVA, A.L.; FERNANDES, O.D., Estudo da incorporação de resíduo de rocha na fabricação de blocos cerâmicos e telhas. 59º *Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Barra dos Coqueiros - SE, 2015.

ZHANG, L.; Produção de tijolos com resíduos. Departamento de Engenharia Civil e Mecânica da Universidade do Arizona, Tucson, EUA.2015.