UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ZOOTECNIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

GABRIELA PITOLLI LYRA

**Agregados leves de cerâmica vermelha com incorporação de cinza do
bagaço de cana-de-açúcar sinterizados em forno de micro-ondas**

Pirassununga

2019

GABRIELA PITOLLI LYRA

**Agregados leves de cerâmica vermelha com incorporação de cinza do
bagaço de cana-de-açúcar sinterizados em forno de micro-ondas**

Versão Corrigida

Dissertação apresentada à Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para a obtenção do Título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais Voltados à Agroindústria

Orientador: Prof. Dr. João Adriano Rossignolo

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Elíria M. J. Agnolon Pallone

Pirassununga

2019

Ficha catalográfica elaborada pelo
Serviço de Biblioteca e Informação, FZEA/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

L992a Lyra, Gabriela Pitolli
 Agregados leves de cerâmica vermelha com
 incorporação de cinza do bagaço de cana-de-açúcar
 sinterizados em forno de micro-ondas / Gabriela
 Pitolli Lyra ; orientador João Adriano Rossignolo ;
 coorientador Eliria Maria de Jesus Agnolon Pallone.
 -- Pirassununga, 2019.
 107 f.

 Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação
 em Engenharia e Ciência de Materiais) -- Faculdade
 de Zootecnia e Engenharia de Alimentos,
 Universidade de São Paulo.

 1. concreto leve. 2. argila vermelha. 3. cinza
 da indústria sucroalcooleira. 4. sinterização não
 convencional. I. Rossignolo, João Adriano, orient.
 II. Pallone, Eliria Maria de Jesus Agnolon,
 coorient. III. Título.

Universidade de São Paulo

ATA DE DEFESA

Aluno: 74133 - 7653099 - 1 / Página 1 de 1

Ata de defesa pública de Dissertação do(a) Senhor(a) Gabriela Pitolli Lyra no Programa: Engenharia e Ciência de Materiais, do(a) Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo.

Aos 20 dias do mês de março de 2019, no(a) Sala de Reuniões do ZEB realizou-se a Defesa da Dissertação do(a) Senhor(a) Gabriela Pitolli Lyra, apresentada para a obtenção do título de Mestra intitulada:

"Agregados leves de cerâmica vermelha com incorporação de cinza do bagaço de cana-de-açúcar sinterizados em forno de micro-ondas"

Após declarada aberta a sessão, o(a) Sr(a) Presidente passa a palavra ao candidato para exposição e a seguir aos examinadores para as devidas arguições que se desenvolvem nos termos regimentais. Em seguida, a Comissão Julgadora proclama o resultado:

Nome dos Participantes da Banca	Função	Sigla da CPG	Resultado
João Adriano Rossignolo	Presidente	FZEA - USP	Não Votante
Julieta Adriana Ferreira	Titular	SEMVINCULO(FZEA)	<u>APROVADO</u>
Ronaldo Soares Teixeira	Titular	Externo	<u>APROVADO</u>
Andressa Fernanda Angelin	Titular	UNIAN/SP - Externo	<u>APROVADO</u>

Resultado Final: APROVADA

Parecer da Comissão Julgadora *

Eu, Clelia de Godoy _____, lavrei a presente ata, que assino juntamente com os(as) Senhores(as).
Pirassununga, aos 20 dias do mês de março de 2019.

Julieta Adriana Ferreira

Ronaldo Soares Teixeira

Andressa Fernanda Angelin

João Adriano Rossignolo
Presidente da Comissão Julgadora

* Obs: Se o candidato for reprovado por algum dos membros, o preenchimento do parecer é obrigatório.

A defesa foi homologada pela Comissão de Pós-Graduação em 20.03.2019 e, portanto, o(a) aluno(a) faz jus ao título de Mestra em Ciências obtido no Programa Engenharia e Ciência de Materiais - Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais voltados à Agroindústria.

Presidente da Comissão de Pós-Graduação

Profª. Drª. Rosemary Ap. de Carvalho
Presidente da Comissão de
Pós-Graduação
FZEA/USP

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me mostrar o caminho mesmo nos momentos mais difíceis, sem ele nada seria possível.

Ao orientador, Prof. Dr. João Adriano Rossignolo, por todo o apoio, paciência ao ensinar, confiança e dedicação.

A Prof.^a. Dra. Eliria Maria de Jesus Agnolon Pallone pela valiosa contribuição ao trabalho, e por estar sempre à disposição quando eu precisei.

A minha família, principalmente minha mãe Elaine Lyra, e minhas irmãs Karina Lyra e Juliana Lyra, que me deram apoio, amor e carinho em todos os momentos da minha vida.

Ao meu sobrinho Arthur, que só nos traz felicidade a cada dia.

A minha avó Maria Pitolli pelo carinho e apoio.

Ao meu avô Antonio Pitolli (*in memoriam*) pelas palavras de sábias ditas, minha eterna saudade.

Aos meus tios Érika Pitolli e Roberto Francisco por acreditarem em mim.

Ao meu namorado José Vitor Spatti pelo companheirismo, incentivo, paciência e cuidado.

Aos meus amigos Isabela e João Vitor, pela ajuda, paciência, idéias compartilhadas, e pelos momentos de descontração.

A minha amiga, Lisiane Brichi, por estar ao meu lado em todas as h e espero que continue sempre presente em minha vida.

As minhas amigas Thauane e Kátia, por estarem sempre dispostas a me ajudar, e pelo incentivo.

Aos Professores Drs. Juliano Fiorelli e Walter Ferreira Velloso Júnior, pelos conhecimentos adquiridos durante o Programa de aperfeiçoamento de ensino – PAE.

Ao Professor Dr. César Gonçalves de Lima, pela contribuição nesta dissertação.

Ao Professor Dr. Clóvis Fischer da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, pelas colaborações explanadas no exame de qualificação.

Ao Professor Dr. Juliano Fiorelli da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, pelas colaborações explanadas no exame de qualificação.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos – FZEA, por todo o conhecimento transmitido durante as aulas.

Aos funcionários do departamento de Engenharia de Biossistemas e do Campus da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, os quais foram fundamentais para o suporte de pesquisa durante o mestrado.

Aos técnicos do Laboratório de Construções Rurais e Ambiente (CONSTRAMBI): Mariana e Zaqueu pela colaboração no desenvolvimento do trabalho.

Ao Laboratório de Caracterização Microestrutural de materiais (DEMA) da Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR.

A CAPES pelo auxílio financeiro concedido através da bolsa de mestrado.

“O essencial é invisível aos olhos, só se vê bem com o coração”...

Saint Exupéry

RESUMO

LYRA, G. P. **Agregados leves de cerâmica vermelha com incorporação de cinza do bagaço de cana-de-açúcar sinterizados em forno de micro-ondas.** 2019. 107 f. Dissertação (Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Materiais) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2019.

O concreto com agregados leves, quando comparado ao concreto convencional, reduz consideravelmente o peso nas edificações. No entanto, esse material ainda não está amplamente difundido no Brasil, pois há apenas uma empresa produtora de agregados leves (argila expandida), localizada no estado de São Paulo, ocasionando altos custos de transporte. Uma alternativa para disseminar a tecnologia do concreto leve é a utilização do parque produtivo de cerâmica vermelha espalhado pelo território nacional, para a produção de agregados leves, utilizando a argila vermelha com a adição da cinza do bagaço da cana-de-açúcar (CBCA) para diminuir a massa específica desse material. Assim, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o desempenho de agregados leves destinados a concretos leves produzidos com argila vermelha e a incorporação de CBCA, sinterizados em forno convencional e forno de micro-ondas, visando uma alternativa energeticamente mais eficiente de sinterização de materiais cerâmicos. As caracterizações das matérias-primas foram realizadas por análises de espectroscopia de fluorescência de raios X, perda ao fogo, difração de raios X, termogravimetria, distribuição granulométrica e massa específica real. Os corpos de prova foram conformados por extrusão em três diferentes composições, argila vermelha (referência), argila vermelha com adição de 20 % de CBCA e argila vermelha com adição de 40 % de CBCA, e sinterizados nas temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100 °C. A sinterização convencional ocorreu por 60 min. com taxa de aquecimento de 10 °C/min. No forno de micro-ondas a sinterização ocorreu de maneira híbrida, com taxa de aquecimento de 50 °C/min. por 5, 10 e 15 min. Após a sinterização foram realizados os ensaios de retração linear, resistência à compressão, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, termogravimetria, difração de raios-X, microtomografia e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos indicaram que a sinterização em forno de micro-ondas, quando comparada a sinterização em forno convencional, promove aumento dos valores de resistência à compressão e redução dos valores de absorção de água das massas cerâmicas, provavelmente devido ao refinamento da microestrutura. A adição de CBCA possibilitou a redução da massa específica dos corpos de prova, em especial das cerâmicas com 40 % de adição. Os agregados com adição de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas apresentaram valores de resistência a compressão e massa específica aparente similares a argila expandida, se mostrando assim como uma alternativa de agregados leves com baixo impacto ambiental no processo de produção, considerando a maior eficiência energética do forno de micro-ondas e do reuso de resíduos agroindustriais.

Palavras-Chave: concreto leve. argila vermelha. cinza da indústria sucroalcooleira. sinterização não convencional.

ABSTRACT

LYRA, G. P. **Lightweight aggregates of red ceramics with the incorporation of a sugarcane bagasse ash sintered in a microwave.** 2019. 107 f. Dissertation (Materials Engineering and Science graduate Degree) - Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2019.

The lightweight aggregates concrete reduces considerably the weight in buildings compared with the conventional one. However, this type of material has not been widespread yet once there is just one lightweight aggregate (expanded clay) manufacturer locate in São Paulo state, which makes the transportation still costly. Alternatively, the lightweight concrete technology could be spread all over Brazil by locating the red ceramic industrial production throughout the country for lightweight aggregate calcined clay production, using the red clay with the addition of the sugarcane bagasse ash (SCBA) to reduce the specific mass of this material. Thus, the aim of this research is to assess the performance of lightweight aggregates for lightweight concrete produced from red clay with the incorporation of ash from the sugarcane bagasse (SCBA) sintered in conventional oven and microwave, in the search of a more energy-efficient alternative for the sintering of ceramic materials. The characterization of the raw materials was carried out by analysis of X-ray fluorescence spectroscopy, loss on ignition, X-ray diffraction, thermogravimetry, particle size distribution and actual specific mass. The specimens were extruded in three different compositions, red clay (reference), red clay with addition of 20 % of SCBA and red clay with addition of 40 % SCBA, and sintered at temperatures of 700, 800, 900, 1000 and 1100 °C. Conventional sintering occurred for 60 min. with a heating rate of 10 °C / min. In the microwave oven sintering occurred in a hybrid manner, with a heating rate of 50 °C/min for 5, 10 and 15 min. After sintering, linear retraction, compressive strength, water absorption, apparent porosity, apparent specific mass, thermogravimetry, X-ray diffraction, microtomography and scanning electron microscopy were performed. The results showed that sintering in microwave oven, when compared to sintering in conventional kiln, promotes an increase in the values of compressive strength and reduction of the water absorption values of the ceramic masses, probably due to the refinement of the microstructure. The addition of SCBA allowed the reduction of the specific mass of the specimens, especially of the ceramics with 40% addition. The aggregates with addition of SCBA sintered in microwave oven presented values of compressive strength and apparent specific mass similar to expanded clay, thus showing as an alternative of light aggregates with low environmental impact in the production process, considering the higher efficiency energy efficiency of the microwave oven and the reuse of agro-industrial waste.

Keywords: lightweight concrete. red clay. sugar and ethanol ash industry. unconventional sintering.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Cerâmica vermelha na classificação do setor cerâmico. _____	21
Figura 2 - Processo produtivo da cerâmica vermelha. _____	24
Figura 3 - Produção nacional de cerâmica vermelha por região no ano de 2015. _____	25
Figura 4 - Mapa de produção de cana-de-açúcar no Brasil. _____	27
Figura 5 - Subprodutos da agroindústria canavieira e seus respectivos usos alternativos. ____	29
Figura 6 - Exemplo do transporte de massa entre as partículas. _____	33
Figura 7 - Mecanismos que atuam no processo de sinterização. _____	34
Figura 8 - Estágios da sinterização via fase sólida: (a) partículas do pó; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário e (d) estágio final. _____	35
Figura 9 - Exemplo da formação do pescoço no estágio intermediário da sinterização via fase líquida: (a) achatamento de contato; (b) dissolução de grãos finos e (c) difusão no estado sólido _____	37
Figura 10 - Padrões de aquecimento em forno convencional e em forno de micro-ondas. _	40
Figura 11 - Posição das moléculas (a) no estado natural e (b) sob o campo elétrico. _____	41
Figura 12 - Orientação das moléculas sob a ação do campo elétrico. _____	42
Figura 13 - Interação das micro-ondas com os diferentes materiais: (a) transparentes; (b) condutores e (c) alta perda dielétrica. _____	42
Figura 14 - Perfil da temperatura dentro do material em: (a) aquecimento convencional; (b) aquecimento por micro-ondas e (c) aquecimento híbrido. _____	44
Figura 15 - Direção do aquecimento por micro-ondas e pelo susceptor. _____	45
Figura 16 - Fluxograma do cronograma de pesquisa. _____	48
Figura 17 - Argila vermelha. _____	49
Figura 18 - Cinza do bagaço da cana-de-açúcar; a) no local coletado; b) após seca em estufa _____	50
Figura 19 – a) Extrusora e b) boquilha utilizadas para a conformação dos corpos de prova. _____	53
Figura 20 – Forno de micro-ondas utilizado para a sinterização a) vista externa e b) vista interna do equipamento. _____	54
Figura 21 - Vista superior do forno de micro-ondas. _____	54
Figura 22 – Difratoograma de raio x da argila. _____	61
Figura 23 - Difratoograma de raio x da CBCA. _____	62
Figura 24 – Termograma e segunda derivada da argila. _____	63
Figura 25 – Análise térmica e análise térmica diferencial da CBCA. _____	64
Figura 26 - Distribuições discretas e acumuladas de tamanho de partículas da argila. _____	65
Figura 27 - Distribuições discretas e acumuladas de tamanho de partículas da CBCA. _____	65
Figura 28 - Curvas típicas de retração linear (mm) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. _____	69
Figura 29 - Curvas típicas de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. _____	72
Figura 30 - Curvas típicas de absorção de água (%) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. _____	75

- Figura 31** - Curvas típicas de porosidade aparente (%) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. _____ 78
- Figura 32** - Curvas típicas de massa específica aparente (g/cm³) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. _____ 81
- Figura 33** – Termogravimetria representativa dos corpos de prova sinterizados à 1100 °C. 82
- Figura 34** - Difratoograma de raios X dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C em a) forno convencional; b) forno de micro-ondas . _____ 84
- Figura 35** – Tamanho dos poros presentes nos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas. _____ 86
- Figura 36** – Esfericidade dos poros presentes nos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas. _____ 88
- Figura 37** - Imagens 3D dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas. _____ 90
- Figura 38** - Micrografias dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas. _____ 92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Informações técnicas das argilas expandidas comerciais no Brasil. _____	19
Tabela 2 - Produção por tipo de produto segundo a classificação do IBGE (2010). _____	25
Tabela 3 - Fontes de energia utilizadas no setor cerâmico de 2008 a 2017 (10 ³ tep). _____	26
Tabela 4 - Composições das misturas para conformação dos corpos de prova. _____	52
Tabela 5 - Técnicas de caracterização realizadas. _____	55
Tabela 6 - Composição química (expressa em percentual de massa do óxido correspondente) e perda ao fogo das matérias-primas. _____	60
Tabela 7 - Diâmetro equivalente das partículas das matérias-primas. _____	64
Tabela 8 - Densidade à verde para as diferentes composições de agregado. _____	66
Tabela 9 – Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições. _____	67
Tabela 10 - Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	68
Tabela 11 - Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	68
Tabela 12 – Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições. _____	71
Tabela 13 - Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	71
Tabela 14 - Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	71
Tabela 15 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições. _____	74
Tabela 16 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	74
Tabela 17 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	74
Tabela 18 - Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições. _____	76
Tabela 19 – Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	76
Tabela 20 – Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	77
Tabela 21 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm ³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições. _____	80
Tabela 22 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm ³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	80
Tabela 23 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm ³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições. _____	80

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 Justificativa	15
2 OBJETIVOS	16
2.1 Objetivo geral	16
2.2 Objetivos específicos	16
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1 Concreto leve	17
3.1.1 Agregado leve	18
3.2 Cerâmica Vermelha	21
3.2.1 Matéria-prima.....	22
3.2.2 Processo produtivo	22
3.2.3 Setor da cerâmica vermelha no Brasil	24
3.2.4 Aspecto Ambiental.....	26
3.3 Cinza do bagaço da cana-de-açúcar	27
3.4 Cerâmica vermelha e cinza do bagaço de cana-de-açúcar	29
3.5 Sinterização.....	32
3.5.1 Sinterização por fase sólida.....	33
3.5.2 Sinterização por fase líquida	36
3.5.3 Sinterização Convencional	38
3.5.4 Sinterização não-convencional.....	38
3.5.4.1 Sinterização em forno de micro-ondas.....	40
3.5.4.2 Aplicações	45
4 MATERIAIS E MÉTODOS	48
4.1 Matérias-Primas	49
4.1.1 Argila vermelha.....	49
4.1.2 Cinza do bagaço da cana-de-açúcar	49
4.2 Caracterização das matérias-primas.....	50
4.2.1 Espectrometria de Fluorescência de raios X e Perda ao Fogo	50
4.2.2 Difração de raios X	50
4.2.3 Termogravimetria.....	51
4.2.4 Distribuição granulométrica a laser.....	51
4.2.5 Massa específica real.....	51
4.3 Conformação dos corpos de Prova	52

4.3.1 Densidade à verde (método geométrico).....	53
4.3.2 Pré-sinterização e sinterização	53
4.4 Caracterização dos corpos de prova sinterizados.....	55
4.4.1 Retração linear.....	55
4.4.2 Resistência à compressão	56
4.4.3 Absorção de água	56
4.4.4 Porosidade aparente e massa específica aparente	57
4.4.5 Análise Estatística	58
4.4.6 Corpos de prova sinterizados a 1100 °C.....	58
4.4.6.1 Difração de raios X	58
4.4.6.2 Termogravimetria.....	58
4.4.6.3 Microtomografia por raio-x.....	59
4.4.6.4 Microscopia eletrônica de varredura	59
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
5.1 Caracterização das matérias-primas.....	60
5.1.1 Espectrometria de Fluorescência de Raio X e Perda ao fogo	60
5.1.2 Difração de raios X	61
5.1.3 Termogravimetria.....	62
5.1.4 Distribuição granulométrica a laser.....	64
5.2 Caracterização dos corpos de prova.....	66
5.3 Caracterização dos corpos de prova sinterizados.....	66
5.3.1 Retração linear.....	66
5.3.2 Resistência à compressão	70
5.3.3 Absorção de água e porosidade aparente	73
5.3.4 Massa específica aparente	79
5.4 Caracterização dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C.....	82
5.4.1 Termogravimetria.....	82
5.4.2 Difração de raios X	83
5.4.3 Microtomografia por raio-x.....	85
5.4.4 Microscopia eletrônica de varredura	91
6 CONCLUSÃO.....	93
7 TRABALHOS FUTUROS	94
REFERÊNCIAS	95

1 INTRODUÇÃO

O concreto com agregados leves, ou concreto leve estrutural, apresenta-se como um material de construção consagrado em todo o mundo, com aplicação em diversas áreas da construção civil. Sua ampla utilização esta atribuída aos benefícios promovidos pela redução da massa específica do concreto (ROSSIGNOLO, 2009). Os concretos leves estruturais são obtidos pela substituição total ou parcial dos agregados convencionais por agregados leves. De modo geral, são caracterizados por apresentar massa específica aparente abaixo de 2000 Kg/m³ (JAFARI; MAHINI, 2017; ROSSIGNOLO, 2009).

Esse tipo de concreto tem sido foco de diversas pesquisas nas últimas décadas impulsionadas pela crescente demanda por materiais leves destinados a estruturas e sistemas de vedação externa, com propriedades de isolamento termo acústico (JAFARI; MAHINI, 2017; LONG; YANG; XIE, 2017; SADINENI; MADALA; BOEHM, 2011; SAMSON; PHELIPOT-MARDELÉ; LANOS, 2017; SHAFIGH et al., 2018). Essa demanda também se reflete na construção civil Brasileira. No entanto, atualmente há no Brasil apenas um tipo de agregado leve disponível comercialmente, a argila expandida produzida em forno rotativo com temperatura de sinterização de aproximadamente 1200°C (FARÍAS et al., 2017).

Uma alternativa para disseminar a tecnologia do concreto leve estrutural por todo o país seria a produção de agregados leves de cerâmica vermelha, utilizando a argila vermelha com a adição da cinza do bagaço da cana-de-açúcar (CBCA), tendo como referencial os estudos preliminares que indicam a viabilidade de produção e utilização desse tipo de agregado leve na construção civil e o parque industrial de cerâmica vermelha já instalado no país (SANTIS, 2012, 2016; SEBRAE, 2008).

Estudos prévios indicam a possibilidade de inserção de diferentes resíduos na cerâmica vermelha, como a CBCA, visando diminuir os impactos causados pelos mesmos ao meio ambiente, além de diminuir o consumo de matéria prima, reduzindo os custos e evitando a exploração de recursos naturais (ROCHA; ZOREL; LANDO, 2017; RODRIGUES et al, 2016; WENDER; BALDO, 1998).

No Brasil, se destaca a oferta de CBCA, pois é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar, com produção de 641 milhões de toneladas na safra 2017/2018, o que corresponde a cerca de quatro milhões de toneladas de CBCA na cogeração de energia em caldeiras (ÚNICA, 2019). Vários estudos mostraram que as CBCA apresentam potencial de utilização na cerâmica

vermelha, com potencial de redução da massa específica da cerâmica, o que torna esse material adequado para produção de agregados leves (BALAKRISHNAN; BATRA, 2011; BORLINI et al., 2006; FARIA; HOLANDA 2013, 2012; FARIA; GURGEL, HOLANDA, 2012a, 2012b; KAZMI et al., 2016; MUÑOZ et al., 2016; SOUZA et al., 2011; TEIXEIRA et al., 2008; TORRES et al., 2009). Durante o processo de sinterização da cerâmica ocorre a volatilização do material orgânico presente na CBCA (em torno de 80% da cinza), com a geração de gases que aumenta a porosidade do material, diminuindo sua massa específica (FARIA; HOLANDA, 2013; KUMAR; KUMAR; GUPTA, 2016; ROCHA; ZOREL; LANDO, 2017; RODRIGUES et al., 2016; SOUZA et al., 2011; VIRUTHAGIRI et al., 2015).

Uma forma de otimizar as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica, e de reduzir o consumo energético é utilizar diferentes métodos de sinterização. A sinterização em forno de micro-ondas é um dos processos não convencionais mais estudados para cerâmica de diversos tipos, porém são raros os trabalhos relacionados com a cerâmica tradicionais, como cerâmica vermelha e porcelana (FERNANDES et al., 2013). Este método possui algumas vantagens quando comparado ao processo de sinterização convencional, como aquecimento rápido e homogêneo, microestrutura mais refinada, intensificação das taxas de densificação, tamanho de grãos uniformes, aumento da resistência mecânica, redução das temperaturas e tempo do processo. Isso ocorre, pois, o aquecimento do material é volumétrico, ocorrendo de dentro para fora, ao contrário da sinterização convencional que acontece de fora para dentro (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; EBADZADEH; SARRAFI; SALAH, 2009; MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007a; OGHBAEI; MIRZAEI, 2010; RYBAKOV; OLEVSKY; KRIKUN, 2013).

Assim, este trabalho teve como objetivo a produção de agregados leves para concreto estrutural utilizando cerâmica vermelha com adição de CBCA, sinterizados em forno convencional e forno de micro-ondas, com a intenção de se obter agregados leves com menor consumo de matérias-primas e maior eficiência energética, quando comparado a argila expandida. Soma-se a esses pontos a possibilidade de disseminação da produção de agregados leves para todo território nacional, viabilizando, assim, o aumento da utilização de concretos leves estruturais.

1.1 Justificativa

A proposta de pesquisa apresentada neste projeto justifica-se pelas razões descritas abaixo:

- Oportunidade de disseminação do concreto leve estrutural para todo o território nacional;
- Necessidade de desenvolvimento de agregados leves alternativos à argila expandida, único agregado leve produzido no Brasil;
- Possibilidade de produção de agregados leves de cerâmica vermelha com baixos valores de absorção de água e elevados valores de resistência à compressão;
- Necessidade de reduzir os gastos energéticos na produção dos agregados leves;
- Possibilidade de utilização de subprodutos agroindustriais;
- Possibilidade de utilizar um parque industrial de cerâmica vermelha instalado no país para produção dos agregados leves artificiais com pequenos ajustes no arranjo produtivo;
- Estudos de processos de sinterização de cerâmica vermelha mais eficientes, que otimizem o processo, melhorando as propriedades físicas e mecânicas do material e diminuindo o gasto energético.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O presente trabalho teve como objetivo avaliar o desempenho físico e mecânico de agregados leves destinados a concretos estruturais produzidos com cerâmica vermelha e a incorporação de CBCA sinterizados em forno convencional e em forno de micro-ondas.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliação da influência da incorporação de CBCA no desempenho físico e mecânico de agregados leves de argila vermelha;
- Avaliação comparativa dos processos de sinterização da cerâmica vermelha (forno convencional e forno de micro-ondas).

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Concreto leve

O concreto leve é um material de construção difundido em todo o mundo, com diversas aplicações nas áreas da construção civil, como por exemplos, em edificações pré-fabricadas, pontes e plataformas marítimas (JAFARI; MAHINI, 2017; ROSSIGNOLO, 2009).

Eles são obtidos pela substituição de parte dos materiais sólidos por ar (KARAKURT; ÖZEN, 2017; ROSSIGNOLO, 2009). Podem ser classificados como concretos com agregados leves, concreto celular e concretos sem fios. Os concretos com agregados leves, são fabricados pela substituição total ou parcial dos agregados convencionais por agregados leves. Isso proporciona uma diminuição na sua massa específica de 25 a 35 %. Os concretos convencionais possuem valor de massa específica em torno de 2400 Kg/m^3 , enquanto que o concreto leve possui uma massa específica inferior a 2000 Kg/m^3 (JAFARI; MAHINI, 2017; ROSSIGNOLO, 2009; SADINENI; MADALA; BOEHM, 2011).

A baixa massa específica do concreto leve proporciona redução de esforços nas estruturas das edificações, economia com formas e cimbramento assim como diminuição nos custos com transporte e montagem de construções pré-fabricadas (ROSSIGNOLO, 2009; HAMA, 2017). Outras alterações significativas ocorrem devido a substituição dos agregados convencionais por agregados leves, como a trabalhabilidade, estabilidade dimensional, desempenho térmico e acústico, resistência a altas temperaturas e espessura da zona de transição entre o agregado e a pasta de cimento (CINEXPAN, 2017; ROSSIGNOLO, 2009).

Algo relevante é o fato de o concreto leve apresentar um aumento de consumo energético para sua produção, quando comparado aos concretos convencionais. Isso acontece porque os agregados leves são produzidos em altas temperaturas em fornos rotativos. Porém esse consumo excedente pode ser compensado pela redução da massa específica, que em alguns casos favorece a redução da armadura, do volume total de concreto e do consumo energético utilizado no transporte e no processo de construção (ROSSIGNOLO, 2009). O concreto com agregados leves tem sido foco de diversas pesquisas nas últimas décadas impulsionadas pela crescente demanda por materiais leves destinados a estruturas e sistemas de vedação externa com propriedades de isolamento termo acústico (JAFARI; MAHINI, 2017; LONG; YANG;

XIE, 2017; SADINENI; MADALA; BOEHM, 2011; SAMSON; PHELIPOT-MARDELÉ; LANOS, 2017; SHAFIGH et al., 2018).

3.1.1 Agregado leve

Os agregados leves podem ser classificados quanto a sua origem, que pode ser natural (pedra-pomes, diatomita, escória vulcânica, etc.) ou artificial (perlite, xisto, argila expandida, etc) (KOTWICA et al., 2017; ROSSIGNOLO, 2009; SALES et al., 2010). A sua alta porosidade lhes confere baixa densidade, resistência ao congelamento e alto poder de isolamento térmico e acústico (ZHANG; POON, 2015).

Os agregados leves naturais são extraídos diretamente das jazidas e classificados quanto a sua granulometria. Os agregados leves artificiais são obtidos a partir de processos industriais, e são classificados de acordo com a matéria-prima utilizada e o processo de fabricação (ROSSIGNOLO, 2009).

Os processos mais utilizados para a fabricação de agregados leves artificiais são a sinterização e o forno rotativo (ROSSIGNOLO, 2009).

Na sinterização é feita uma mistura de matéria-prima e combustíveis, em seguida esse material é submetido a altas temperaturas, que causa a formação de gases expandindo o mesmo (GOMES NETO, 1998).

Os agregados produzidos por sinterização normalmente apresentam poros abertos sem recobrimento e altos valores de absorção de água. O valor de massa específica desse material pode variar entre 650 kg/m^3 e 900 kg/m^3 (MORAVIA et al., 2006; ROSSIGNOLO, 2009).

Os agregados produzidos em fornos rotativos são fabricados a partir de matérias primas que se expandem quando submetidas a altas temperaturas (entre 1000°C e 1300°C) (FARÍAS et al., 2017). Nessas temperaturas alguns componentes da matéria-prima se fundem gerando uma massa viscosa, e a outra parte se decompõe gerando os gases que são incorporados na massa proporcionando a expansão em até sete vezes do volume inicial. Esse processo forma uma camada vitrificada na parte externa, proporcionando baixa porosidade. A massa específica obtida para os agregados produzidos em forno rotativo está entre 300 kg/m^3 e 650 kg/m^3 (MORAVIA et al., 2006; ROSSIGNOLO, 2009).

No Brasil o único agregado leve artificial produzido é a argila expandida. Esse agregado é fabricado pela empresa Cinexpan Indústria e Comércio Ltda, localizada na cidade de Várzea

Paulista no Estado de São Paulo (CINEXPAN, 2019). A sua produção é voltada para a construção civil, paisagismo e indústria têxtil (MORAVIA et al., 2006; ROSSIGNOLO, 2009).

Uma das utilizações na construção civil é a substituição de agregados comuns por agregados leves no concreto, buscando redução na massa específica do concreto que proporcionam melhor isolamento térmico, redução na dimensão de colunas, vigas, lajes, elementos pré-moldados mais leves facilitando seu transporte, fundações com menores dimensões, entre outros (KAYALI, 2008). Porém, como a produção ocorre somente em um local do país, a distribuição desse material representa elevação dos custos do material, que pode inviabilizar sua utilização. As argilas expandidas indicadas para o uso em concreto leve estrutural pela Cinexpan são as 0500 e 1506 (CINEXPAN, 2018). A Tabela 1 apresenta informações técnicas das argilas expandidas utilizadas em concretos leves C0500 e C1506.

Tabela 1 - Informações técnicas das argilas expandidas comerciais no Brasil.

Nome Comercial	Matéria-prima	Massa específica (g/cm³)	Dimensão (mm)	Absorção de água 24h (%)	Resistência à compressão por esmagamento (MPa)
Cinexpan 0500	Argila	1,4	0 - 5	6	20
Cinexpan 1506		1,11	6 - 15	7	12

Fonte: CINEXPAN. **Ficha Técnica da Argila Expandida:** Características. 2019. Disponível em: <<http://www.cinexpan.com.br/pdf/ficha-tecnica-0500.pdf>>. Acesso em: 06 jan. 2019.

Para que o concreto leve possa ser disseminado em todo o território brasileiro, uma alternativa é a utilização de cerâmica vermelha na fabricação de agregados leves, devido ao grande potencial brasileiro para a produção de cerâmica vermelha.

Estudos realizados por Cabral (2005), Cabral et al. (2008), Nascimento (2005), Santis (2012), Santis (2013), Santos (2007) e Soares, Batista e Cabral (1998), mostraram a viabilidade da produção de agregados leves de argila calcinada a partir de cerâmica vermelha, com apenas algumas modificações nas atuais indústrias, assim fazendo com que elas tenham mais um produto no mercado.

A indústria da cerâmica vermelha apresenta a possibilidade de incorporar resíduos de outras indústrias aos seus produtos, adicionando-os na massa cerâmica. Isso traz diversos benefícios para a indústria da cerâmica vermelha como, redução do custo e da quantidade de

matéria-prima utilizada, redução do consumo de combustível, além de evitar que estes resíduos tenham destinação ambientalmente incorreta (FIEMG, 2013).

Com isso torna-se possível a fabricação de agregados leves de cerâmica vermelha com adição de resíduos da agroindústria, possibilitando a produção em qualquer local do país gerando menores custos e baixo impacto ambiental.

Existem estudos sobre o uso de resíduos industriais como possíveis matérias-primas para produzir agregados leves. Wei e Ko (2017) estudaram a reciclagem de lamas de águas residuais de aço inoxidável e aço carbono como matéria-prima para a preparação de agregados leves. A argila foi misturada aos aços e sinterizadas nas temperaturas de 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C e 1150 °C por 15 min.. As lamas, após serem misturadas com argila e sinterizadas, obtiveram a estabilização dos metais pesados presentes. O aumento da temperatura de sinterização ocasionou uma diminuição na resistência à compressão, os agregados sinterizados a 1150 °C obtiveram densidades aparentes entre 1,06 e 1,97 g/cm³, e absorção de água acima de 20 %.

Liu et al. (2017) estudaram agregados expandidos leves a partir da mistura de resíduos plásticos automotivos e argila. Foram incorporados 1, 2 e 5 % de plástico automotivo em uma massa de argila, a sinterização ocorreu a 1200 °C por 20 min.. A incorporação de 2 % de plásticos proporcionou uma diminuição de 30 % na densidade aparente e um aumento de 40 % na porosidade aparente, em relação a referência somente de argila. Assim estes agregados podem ser utilizados em materiais de isolamento térmico e como substratos em cultivos.

Moreno-Maroto et al. (2017) estudaram a fabricação de agregados leves com fibra de carbono e resíduos minerais. Os agregados foram fabricados com a adição de 2, 2,5, 5 e 10 % de fibra de carbono a uma massa contendo 90% de lodo de granito e mármore e 10 % de rejeitos de sepiolite. Os materiais foram misturados, moldados em pellets e sinterizados nas temperaturas de 1100 °C, 1125 °C e 1150 °C durante 4, 8 e 16 min. em forno rotativo. A adição de fibra de carbono proporcionou inchaço e a formação de uma estrutura interna na qual estavam presentes poros e as fibras não queimadas. Ocorreu uma melhoria nas propriedades mecânicas e densidade aparente.

Soltan et al. (2016) estudaram agregados leves com misturas de resíduos de granito e argila, foram produzidos agregados com substituição de 0 a 50 % de granito, sinterizados nas temperaturas de 1000 °C a 1200 °C. Os resultados mostraram que o conteúdo de sílica, alumina e os fluxos totais controlam a quantidade e a viscosidade da fase líquida dentro dos agregados

durante a sinterização. Os agregados com maior teor de argila e sinterizados em maiores temperaturas apresentaram uma menor densidade aparente.

3.2 Cerâmica Vermelha

A palavra cerâmica vem do grego Kéramos, que significa “terra, ou argila queimada”. As cerâmicas são classificadas como materiais inorgânicos e não metálicos obtidos após serem expostas a altas temperaturas (ABCERAM, 2017; ABDI, 2016; CALLISTER, 2002). A maioria é composta de elementos metálicos e não metálicos, nas quais as ligações são totalmente iônicas ou predominantemente iônicas. Os diferentes tipos de cerâmicas são divididos de acordo com as matérias-primas, propriedades e áreas de utilização, como apresentado na Figura 1 (ABDI, 2016; CALLISTER, 2002).

A cerâmica vermelha é um material normalmente empregado na construção civil, como tijolos maciços, blocos, elementos vazados, lajotas, revestimentos, telhas e tubos. Esta cerâmica possui uma coloração avermelhada, pois a argila utilizada como matéria-prima contém elevados teores de ferro (Fe), que após o processo de sinterização (queima) confere ao material essa cor. Alguns estudo realizados na região da Bahia indicam que o teor de ferro deve ser superior a 4% da composição total para a obtenção da coloração avermelhada (ABCERAM, 2017; ABDI, 2016; CABRAL JUNIOR et al, 2008; SEBRAE, 2015).

Figura 1 - Cerâmica vermelha na classificação do setor cerâmico.

Fonte: INT - INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGIA (2012). Panorama da Indústria de Cerâmica Vermelha no Brasil. Disponível em: http://redladrilleras.net/documentos_galeria/PANORAMA%20DA%20INDUSTRIA%20DE%20CERAMICA.pdf. Acesso em: 11 out. 2017.

3.2.1 Matéria-prima

Argila é um material natural usado como matéria-prima para a cerâmica vermelha. Ela é extraída das jazidas, possui textura terrosa e granulometria fina. Sua composição química é muito heterogênea, dependendo da formação geológica do local de extração, em uma mesma jazida a composição da mesma pode variar. Normalmente, são constituídas de argilominerais (silicatos de alumínio ou magnésio hidratados, contendo às vezes ferro, potássio, lítio e outros), minerais (quartzo, mica, pirita, hematita e etc.), materiais orgânicos e impurezas. Essa composição permite que a mesma seja sinterizada a baixas temperaturas, entre 700 °C e 1000 °C (ABCERAM, 2017; MACEDO et al., 2008; SEBRAE, 2008; SEBRAE, 2015).

Devido a presença de argilominerais, as argilas quando misturadas com água desenvolvem certas propriedades como: plasticidade, resistência mecânica à úmido e retração linear de secagem. Os principais grupos de argilominerais são caulinita, illita e esmectitas ou montmorilonita. A diferença entre eles são as estruturas e substituições dos elementos, como do alumínio por magnésio ou ferro (ABCERAM, 2017; SANTOS, 1975; SEBRAE, 2008).

Essas matérias-primas são retiradas de depósitos de: Argilas residuais - permanecem na zona de intemperismo (argila de inundação); Argilas sedimentares - que se deslocam da zona de intemperismo para de acúmulo; Argilas diagenéticas - alteradas química e mineralogicamente, após soterramento (SEBRAE, 2008).

3.2.2 Processo produtivo

Os processos de fabricação de materiais cerâmicos são muito parecidos, exceto o do vidro. De maneira geral, o processo é dividido nas seguintes etapas: preparação da matéria-prima e da massa, conformação das peças, tratamento térmico e acabamento (ABCERAM, 2017).

A extração da argila é realizada nas jazidas a céu aberto, podendo ser mecanizada ou manual. Em seguida, o material segue para a fábrica, onde se retira uma amostra para alguns ensaios. A argila é armazenada até que possa ser utilizada na produção (FIEMG, 2013).

Na etapa de preparação da matéria-prima, a argila obtida das jazidas deve ser desagregada ou moída, e classificada de acordo com a sua granulometria. Para a preparação da massa normalmente se utiliza dois ou mais tipos de argila para que se obtenha a composição e

características desejadas para o material. Esta etapa é importante, pois contribui para um produto de melhor qualidade. Em seguida, o material passa pelo processo de laminação e conformação das peças, os mais utilizados para cerâmica vermelha são prensagem e extrusão (ABCERAM, 2017; FIEMG, 2013; SEBRAE, 2008).

Na laminação ocorre o direcionamento das partículas das argilas, sendo necessária sua regulação periódica para um melhor acabamento dos produtos (FIEMG, 2013).

Na prensagem, que pode ser via úmida ou seca, a frio ou a quente, única ação (pressão de um único lado), dupla ação (pressão dos dois lados), ou isostática (pressão em um fluido por todos os lados), o pó ou massa é colocado em um molde e pressionado até que se obtenha a forma desejada, o método de prensagem a ser escolhido depende do formato da peça a ser fabricada (ABCERAM, 2017).

No processo de extrusão, a massa plástica é inserida em uma extrusora, e é forçada por um pistão ou eixo helicoidal, através do bocal com o formato desejado (ABCERAM, 2017; FIEMG, 2013).

Após a conformação das peças, as mesmas devem passar pela etapa de secagem para a retirada da água de forma lenta para que a umidade seja reduzida de 20 a 30 %. Assim as peças podem ser secas de forma natural, ou em secadores intermitentes ou contínuos e, temperaturas que variam de 50 °C à 150 °C (ABCERAM, 2017; FIEMG, 2013; SEBRAE, 2008).

Depois de secas, as peças seguem para a sinterização, onde adquirem suas propriedades finais. Na sinterização os materiais são submetidos a altas temperaturas que variam de 700 °C a 1100 °C. Neste processo, ocorre o aquecimento até a temperatura desejada, em seguida o material permanece exposto à temperatura por um determinado tempo, e depois ocorre o resfriamento em temperaturas inferiores a 200 °C (ABCERAM, 2017; FIEMG, 2013). Nesta etapa, ocorrem diversas transformações físico-químicas no material, como por exemplo: perda da água adsorvida, desidroxilação, consolidação do formato final da peça, e a formação de novas fases cristalinas, que influenciam nas propriedades mecânicas do material (FIEMG, 2013; SILVA et al, 2012b).

Na maioria das vezes, os produtos cerâmicos são retirados dos fornos de sinterização, inspecionados e seguem para os consumidores. Porém, em alguns casos, são necessários outros procedimentos, como, polimento, corte entre outros, que recebem o nome de acabamento (ABCERAM, 2017; SEBRAE, 2008). A Figura 2 apresenta o fluxograma do processo produtivo da cerâmica vermelha.

Figura 2 - Processo produtivo da cerâmica vermelha.

Fonte: Adaptado de ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (ABCERAM). 2017. Disponível em: <http://abceram.org.br/>. Acesso em: 15 nov. 2017.

3.2.3 Setor da cerâmica vermelha no Brasil

O País possui importantes jazidas minerais de uso cerâmico, a maior parte de encontra nas regiões sudeste e sul, e que consequentemente, se encontram os maiores pólos cerâmicos nacionais. Os estados que se destacam na produção de argila vermelha são: São Paulo, Minas Gerais e Rio Grande do Sul. Juntas elas correspondem a 44 % da produção total do país (INT, 2012). São Paulo contribui com 21 % da produção total, sendo então o maior. Porém, o Nordeste vem apresentando um aumento na fabricação de cerâmica vermelha, devido a existência de matéria-prima, energia e o mercado consumidor em crescimento (BNB, 2010; FIEMG, 2013).

A Figura 3 apresenta a produção nacional de cerâmica vermelha de acordo com a região no ano de 2015.

Figura 3 - Produção nacional de cerâmica vermelha por região no ano de 2015.

Fonte: Adaptado de SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIO ÀS MICRO E PEQUENAS EMPRESAS (SEBRAE) (Brasil). **Construção civil: Cerâmica vermelha, panorama do mercado no Brasil, 2015.** 5 p.

A localização das instalações das cerâmicas é determinada pela proximidade de jazidas e a proximidade de mercados consumidores. As argilas vermelhas possuem baixo valor unitário, o que não viabiliza seu transporte a grandes distâncias (FIEMG, 2013).

A ANICER (2015) informa que a indústria cerâmica nacional possui 6.903 empresas e olarias em funcionamento, representando 4,8 % da indústria de construção civil, com R\$ 18 bilhões de faturamento anual, gerando 293 mil empregos diretos e 900 mil indireto. A Tabela 2 apresenta produção por tipo de produto, em 2010.

Tabela 2 - Produção por tipo de produto segundo a classificação do IBGE (2010).

Classes de atividades e descrição dos produtos	Unidade de medida	Número	Produção	
			Quantidade	Valor (em R\$ 1.000,00)
Tijolos perfurados, tapa-vigas e outros tijolos de cerâmica para construção, exceto refratários	mil	912	5.226.656	1.385.392
Telhas de cerâmica	mil	447	2.230.687	744.855
Tubos, canos, calhas ou outros acessórios para canalização de cerâmica	kg	15	12.049.110	66.835

Fonte: Adaptado de INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE) (2010). Pesquisa Industrial Rio de Janeiro, v. 29,n. 2, 2010. Disponível em: ftp://ftp.ibge.gov.br/Industrias_Extrativas_e_de_Transformacao/Pesquisa_Industrial_Anual/Produto2010/piaproduto2010.pdf. Acesso em: 05 nov. 2017.

O número expressivo de indústrias do setor cerâmico possibilita a produção de agregados leves de cerâmica vermelha, utilizando o parque industrial já instalado no país, assim conseguindo difundir o concreto leve estrutural por todo o território nacional.

3.2.4 Aspecto Ambiental

As indústrias de cerâmica vermelha causam impactos negativos ao meio ambiente. Sendo alguns deles a extração de argila, emissões de gases de efeito estufa devido a utilização do gás natural (combustível fóssil) ou desmatamento, geração de gases e resíduos sólidos na utilização de lenha para secagem e queima (FIEMG, 2013).

Mais de 50% da energia consumida na indústria da cerâmica vermelha corresponde ao processo de sinterização. A maioria das indústrias utiliza lenha para a alimentação dos fornos, com isso são geradas CO₂ e cinzas que são descartadas. (CIACCO; ROCHA; COUTINHO, 2017; FIEMG, 2013). A Tabela 3 apresenta as fontes de energia utilizadas no setor cerâmico nos últimos dez anos.

A indústria de cerâmica vermelha é uma das poucas que pode reaproveitar resíduos sólidos de outras indústrias, incorporando-os na massa cerâmica. Isso contribui com a redução de matéria-prima utilizada, poupando a exploração das jazidas, além de dar uma destinação ambientalmente correta para estes resíduos (FIEMG, 2013; SILVA; SILVA, 2017).

Tabela 3 - Fontes de energia utilizadas no setor cerâmico de 2008 a 2017 (10³ tep).

Fontes	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017
Gás Natural	1.007	977	1.141	1.288	1.314	1.354	1.339	1.324	1.325	1.326
Carvão Vapor	44	31	30	52	35	39	50	62	37	41
Lenha	2.122	2.081	2.275	2.387	2.458	2.631	2.657	2.312	2.081	2.081
Outras Recuperações	53	53	58	61	62	65	66	59	54	55
Óleo Diesel	8	8	6	31	28	24	26	24	19	17
Óleo Combustível	322	322	295	125	113	125	102	59	48	58
Gás Liquefeito de Petróleo	166	176	165	169	161	163	171	173	163	157
Outras de Petróleo	173	178	195	270	275	289	292	262	223	225
Eletricidade	298	301	319	342	359	380	376	339	322	322
Total	4.193	4.127	4.484	4.725	4.805	5.070	5.079	4.614	4.272	4.280

Fonte: BRASIL. Ministério de Minas e Energia - MME. **Balanco energético nacional Brasília**. Brasília: MME, 2017.

Alternativas sustentáveis são necessárias, para que os impactos negativos da indústria de cerâmica vermelha sejam minimizados.

Entre as alternativas possíveis estão a substituição de combustíveis fósseis por energia limpa no processo de sinterização, que ocasiona maior eficiência energética reduzindo o consumo de energia elétrica. E a redução da matéria-prima utilizada na preparação dos materiais, uma solução seria a incorporação de cinza-do-bagaço de cana-de-açúcar na massa cerâmica, assim diminuindo o uso de matéria-prima e dando uma destinação a esses resíduos (SILVA; MEXAS; QUELHAS, 2017).

3.3 Cinza do bagaço da cana-de-açúcar

A cana-de-açúcar é uma espécie de gramínea semiperene, pertencente ao gênero *Saccharum*, originária possivelmente da Oceania, seu desenvolvimento ocorre em climas tropicais e subtropicais (KAWABATA, 2008).

O Brasil é o maior produtor mundial de cana-de-açúcar, sendo esta cultura de grande importância econômica para o agronegócio brasileiro. Na safra 2017/2018 foram produzidas aproximadamente 641000 mil toneladas de cana-de-açúcar, 38596 mil toneladas de açúcar e 27859 mil m³ de etanol (CONAB, 2017; ÚNICA, 2019). O centro-sul e o nordeste são as regiões com maior número de usinas sucroalcooleiras (ÚNICA, 2019). A Figura 4 apresenta o mapa de produção de cana-de-açúcar nos estados brasileiros, aonde observa-se as regiões produtoras de cana-de-açúcar, e a distância entre elas e a floresta amazônica aonde não há o cultivo da mesma.

Figura 4 - Mapa de produção de cana-de-açúcar no Brasil.

Fonte: UNIÃO DA AGROINDÚSTRIA CANAVIEIRA DE SÃO PAULO – ÚNICA. Mapa da Produção. Disponível em: <<http://www.unica.com.br>>. Acesso em: 15 nov. 2017a.

No Brasil as épocas de plantio da cultura varia de acordo com a região devido ao clima, para a região Centro-Sul o plantio ocorre de Janeiro a Março, enquanto que na região Norte-Nordeste é de Maio a Julho (KAWABATA, 2008).

A cana-de-açúcar tem varias utilizações, como forragem para a alimentação animal, na fabricação de açúcar, etanol, rapadura, melaço e aguardante. Porém, a maior parte das canas-de-açúcar no país são destinadas a produção de açúcar e etanol, devido a sua maior rentabilidade economica (KAWABATA, 2008).

Além dos produtos obtidos da cana, existem tambem os subprodutos, que na sua grande maioria são gerados após a produção dos produtos principais, são alguns deles: o bagaço, torta de filtro e vinhaça (BILBA; ARSENE; QUESANGA, 2003).

O bagaço de cana-de-açúcar, que sobra da extração do açúcar e etanol, é queimado nas caldeiras para a cogeração de energia elétrica, assim os custos da indústria com energia diminuem e a sustentabilidade do setor aumenta (CONAB, 2017). Estima-se que cerca de 45 % de bagaço sejam gerados para cada tonelada de cana-de-açúcar, e 14 % de palha (CTC, 2011; ÚNICA, 2017b). Outra utilização desse bagaço é a produção de etanol lignocelulósico (2ª geração), produzido devido a celulose e hemicelulose presentes no mesmo (BECHARA et al., 2016).

O setor sucroalcooleiro gera uma quantidade expressiva de cinzas de cana-de-açúcar (compostas principalmente por dióxido de silício), provenientes da cogeração de energia. Esse resíduo é acumulado nas indústrias esperando alternativas de utilização em outros setores, como o da construção civil (CORDEIRO et al, 2004; FRÌAS; VILLAR; SAVASTANO, 2008). A Figura 5 apresenta os subprodutos da cana-de-açúcar e suas destinações.

Figura 5 - Subprodutos da agroindústria canavieira e seus respectivos usos alternativos.

Fonte: CORTEZ, Luís; MAGALHAES, Paulo; HAPPI, Júlio. Principais subprodutos da agroindústria canavieira e sua valorização. **Revista Brasileira de Energia**, Itajubá, v. 2, n. 2, p.1-17, 15 nov. 2017.

3.4 Cerâmica vermelha e cinza do bagaço de cana-de-açúcar

O setor sucroalcooleiro contribui para, o fortalecimento do agronegócio, desenvolvimento econômico e social do país. Porém, no processamento da cana-de-açúcar, grande quantidade de resíduos sólidos da forma de cinzas são gerados (GURGEL, 2009). Essas cinzas são provenientes da queima do bagaço nas caldeiras, que geram vapor. Estima-se que no país 1200000 toneladas/ ano de cinzas sejam geradas nas indústrias, que não possuem uma utilização bem definida pela indústria da cana-de-açúcar (BORLINI; MENDONÇA; PINATTI, 2006; FREITAS, 2005; TEIXEIRA et al, 2008). Quando descartadas de forma incorreta podem impactar negativamente o meio ambiente.

A cinza é composta por um alto teor de sílica (SiO_2), além de pequenas quantidades de óxidos de Al, Fe, Ca, Mg e K (FARIA; HOLANDA; GURGEL, 2009; GURGEL, 2009). As cinzas contêm óxidos presentes nas argilas usadas para a cerâmica vermelha, o que facilita sua inserção na mesma. Ela é considerada um material não plástico, sendo assim, pode substituir as argilas não plásticas nas misturas (FARIA; HOLANDA; GURGEL, 2012).

Alguns estudos realizados, sobre o reaproveitamento de resíduos gerados na indústria, analisam a inserção dos mesmos nas argilas utilizadas na produção de cerâmica vermelha, assim

dando uma destinação correta aos resíduos (BORLINI et al., 2006; FARIA; HOLANDA; GURGEL, 2012; MARTINS et al., 2005).

Borlini et al (2006), estudaram a influência da temperatura de sinterização nas propriedades físicas, mecânicas e microestruturais de cerâmica vermelha incorporada com cinza de bagaço de cana de açúcar. Neste trabalho foram utilizadas massas cerâmicas com incorporações de 0, 10 e 20 % em peso de cinza, as mesmas foram preparadas por prensagem uniaxial e sinterizadas nas temperaturas de 900, 1050 e 1200 °C. Os corpos de prova sinterizados a 1200 °C foram os que apresentam maior diferença na retração diametral. A 1050 °C e a 1200 °C houve uma pequena diminuição da absorção de água para os corpos de prova com 10 % de cinza, e um pequeno aumento para os com 20 %. Sendo assim a quantidade de 10 % de cinza fechou a porosidade aberta. A incorporação de 10 % de cinza no material sinterizado a 1200 °C, não alterou a resistência mecânica quando comparada a sem incorporação de cinza. A temperatura de 1050 °C para os corpos de prova com cinza, é baixa para uma formação de fase vítrea mais eficiente, sendo que nesta temperatura ocorre alta heterogeneidade do material com uma quantidade significativa de poros angulares e quase contínuos. A 1200 °C os corpos de prova com 10 % de cinza apresentam uma maior formação de fase líquida, ainda insuficiente para evitar os poros angulares. Os corpos de prova com 20 % de cinza apresentam fase líquida significativa, porém com grande quantidade de poros.

Teixeira et al (2008) pesquisaram sobre a substituição parcial a argila, utilizada para a cerâmica vermelha. Foram confeccionados corpos de prova com argila e teores de 0 %, 5 %, 8 % e 10 % em peso de cinza de cana-de-açúcar. As mesmas foram sinterizadas em 800 °C, 900 °C, 1000 °C, 1100 °C e 1200 °C em forno elétrico. Os resultados mostraram que as propriedades cerâmicas apresentaram melhoras para os materiais sinterizados acima de 1000 °C. De acordo com a composição da matéria-prima utilizada, 10 % em peso de cinza é a porcentagem adequada para se incorporar na argila com a finalidade para produção de tijolos.

Faria, Holanda e Gurgel (2012) estudaram a incorporação de cinza do bagaço de cana-de-açúcar em cerâmica vermelha em cinco formulações diferentes, sendo elas com 0, 5, 10, 15, 20 % em substituição de cinza. Os materiais foram preparados por prensagem uniaxial e sinterizados a 1000 °C. Os resultados indicaram que a cinza tem grande potencial para substituir parcialmente a matéria-prima utilizada na fabricação de peças de cerâmica vermelha, porém, isso tende a influenciar as propriedades do material. A incorporação da cinza causou uma diminuição na retração linear das peças, contribuindo para uma melhor estabilidade

dimensional. Porém aumentou a absorção de água e diminuiu a resistência a compressão para as peças sinterizadas. Isso ocorreu devido a composição mineralógica da cinza, que é constituída na sua maioria por quartzo e matéria orgânica. Assim a incorporação de cinza na cerâmica vermelha deve ser moderada, a pesquisa realizada indicou o uso de 10% em peso de cinza.

Faria e Holanda (2013) estudaram a incorporação de 0, 5, 10, 15 e 20 % de cinza do bagaço de cana-de-açúcar na massa cerâmica. Os corpos de prova foram preparados por prensagem uniaxial e sinterizados a 700, 800, 900, 1000 e 1100 °C. O estudo mostrou que é possível a inserção de cinza do bagaço de cana-de-açúcar para a produção de cerâmica vermelha. Isso contribui para diminuir os impactos ambientais causados pela indústria da cana-de-açúcar. A incorporação das cinzas na massa cerâmica afeta o comportamento granulométrico de plástico da mistura, para as peças sinterizadas á alteração na microestrutura e evolução de fase. Para incorporações acima de 10 % a resistência mecânica cai consideravelmente, com isso são indicadas adições moderadas de cinza na cerâmica vermelha.

De acordo com Viruthagiri, Sathiya e Shanmugam (2014), a temperatura de sinterização de 1000 °C ou superior causam diferenças nos materiais contendo cinza. Abaixo dessa temperatura a porcentagem de cinza substituída não exerce grande influência nas propriedades dos materiais. Acima de 1000 °C, a cinza incorporada participa da fase líquida e da formação de novas fases (mulita e cristobalita). Os resultados da pesquisa indicam que para temperatura de até 1000 °C, 15 % em peso de cinzas podem ser misturadas nas argilas para a fabricação de tijolos. Com isso, os resíduos sólidos descartados no meio ambiente têm uma destinação viável, e o consumo de matéria-prima diminui.

Viruthagiri et al (2015) analisaram a adição de cinza do bagaço de cana-de-açúcar na produção de tijolos. Os teores de cinza do bagaço de cana-de-açúcar adicionados foram 5, 10, 15, 20 %, os corpos de prova foram conformados em formato retangular e sinterizados à 800, 900 e 1000 °C. Os resultados mostraram a presença de caulinita e quartzo como os principais minerais, e hematita em menor quantidade para os corpos de prova sem adição de cinza e não sinterizados. Já para os com adição, observou-se a presença de lignina, quartzo, caulinita e calcita como os principais constituintes. Após a sinterização, os corpos de prova com cinza revelaram a presença de lignina, quartzo e hemicelulose em grandes quantidades, os minerais hematita e magnetita estavam presentes em pequenas quantidades.

Kazmi et al. (2016) estudaram a fabricação de tijolos de barro sustentáveis: utilização de resíduos de bagaço de cana-de-açúcar e cinzas de casca de arroz. Foram fabricados tijolos utilizando diferentes porcentagens de resíduos de bagaço de cana-de-açúcar e cinzas de casca de arroz (5 %, 10 % e 15 % em peso de argila), os mesmos foram sinterizados a 800 °C por 36 h. Os tijolos com adições apresentaram menos resistência a compressão quando comparados aos sem adição. Porém a resistência à compressão obtidas para os tijolos com 5 % de adição de resíduos de bagaço de cana-de-açúcar e cinzas de casca de arroz satisfaz os requisitos exigidos pelo Código de Construção do Paquistão. A densidade aparente dos tijolos diminuiu, tornando-os mais leves. Com isso pode concluir que os tijolos com adição de 5 % de resíduos resultam em uma construção mais sustentável e econômica.

A incorporação de cinza do bagaço de cana-de-açúcar em teores (10 %) superiores aos recomendados pela literatura, em massas cerâmicas é uma alternativa promissora para a reciclagem desses resíduos, e para a diminuição da massa específica aparente para a produção de agregados leves.

3.5 Sinterização

A sinterização é um processo ativado termicamente, que aumenta a ligação entre as partículas, envolvendo a densificação do material e crescimento de grãos, que ocorrem devido ao transporte de massa de um local com alto potencial químico para outro com baixo potencial químico (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007; GERMAN, 1996; RAHAMAM, 2003). A densidade do material aumenta com o processo de densificação, e o crescimento de grãos proporciona aumento na resistência mecânica (RAHAMAM, 2003; 2007). É neste momento que o produto adquire sua microestrutura e características finais (CALLISTER; RETHWISCH, 2012; MAYO, 1996).

De forma simplificada, a sinterização pode ser definida como a eliminação dos espaços vazios entre as partículas do pó, retração da peça, crescimento dos grãos e formação de ligações fortes entre as partículas adjacentes (CHINELATTO et al., 2012; SILVA, 2011).

A sinterização de materiais cerâmicos pode ocorrer por fase sólida ou por fase líquida. A sinterização por fase sólida, proporciona um controle da porosidade do material, porém o fechamento total dos poros é normalmente realizado pela sinterização por fase líquida. Na

sinterização por fase sólida as partículas se deslocam para a região de contato umas com as outras, onde ocorre deslocamento de massa (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

Na sinterização por fase líquida acontece a formação de um líquido da estrutura. Este líquido pode ser decorrente da fusão de algum componente do material, ou da reação de mais de um. Esse tipo de sinterização é utilizado para materiais difíceis de serem sinterizados por fase sólida (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

3.5.1 Sinterização por fase sólida

O que impulsiona a sinterização são as diferenças entre as curvaturas das superfícies das partículas na região de contato, que é normalmente chamado de pescoço. Devido a essas diferenças que o transporte de materiais ocorre (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997; GERMAN, 1996). A Figura 6, exemplifica o transporte de materiais que ocorre entre as partículas na etapa inicial da sinterização (GERMAN, 1996).

Figura 6 - Exemplo do transporte de massa entre as partículas.

Legenda: r = raio da esfera, x = raio do pescoço, ρ = raio da curvatura da superfície na região do pescoço. Fonte: adaptada de CHIANG, Y-M; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. *Physical ceramics: principles for ceramic science and Engineering*. New York: Wiley, 1997.

Nesta etapa ocorre a formação do pescoço e de um contorno de grão na região de contato entre as partículas (COBLE, 1961). Quando duas partículas estão em contato ocorre um gradiente de tensão entre o pescoço e o contorno de grão e uma difusão de vacâncias. A curvatura do pescoço ocasiona uma tração nas superfícies, aumentando a concentração de vacâncias. Já na região do contorno de grãos ocorre o oposto, uma tensão de compressão diminuindo a concentração de vacâncias. Assim uma difusão de vacâncias é gerada da região

do pescoço para o contorno de grãos, e uma difusão de átomos na direção oposta (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

O transporte de material pode ocorrer por diferentes mecanismos de difusão e evaporação-condensação (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997; GERMAN, 1996; KANG, 2005).

As vacâncias e os átomos se movem pelas superfícies das partículas (difusão superficial), pelos espaços dos poros (evaporação-condensação), ao longo do contorno de grãos (difusão pelo contorno de grãos), e pelo interior da rede (fluxo plástico ou difusão volumétrica) (GERMAN, 1996). A Figura 7, mostra um esquema de mecanismos que podem ocorrer durante o processo de sinterização. Os mecanismos 1, 2 e 3 envolvem o crescimento do pescoço, sem densificação ou retração, já que não modificam a distância entre os centros das partículas. Os mecanismos de transporte 4, 5 e 6 aproximam os centros das partículas, ocasionando densificação e retração (ASHSY, 1974; RAHAMAN, 2003).

Figura 7 - Mecanismos que atuam no processo de sinterização.

Lenda: (1) difusão superficial; (2) difusão volumétrica partindo da superfície; (3) evaporação condensação; (4) difusão por contorno de grão; (5) difusão volumétrica pelo contorno de grão; (6) fluxo plástico. Fonte: adaptada de RAHAMAN, M. N. *Ceramic processing and sintering*. 2ed. New York: Marcel Dekker, 2003.

Os mecanismos que ocorrem durante a sinterização, podem ser influenciados por alguns fatores como, as propriedades do compacto a verde (composição, densidade, tamanho e forma das partículas e a pressão aplicada durante a conformação), pressão, atmosfera, temperatura e

tempo, taxas de aquecimento e resfriamento (CALLISTER; RETHWISCH, 2012; MAYO, 1996).

O processo de sinterização pode ser dividido em três estágios, sendo eles: inicial, intermediário e final, conforme apresentado na Figura 9 (COBLE, 1961; GERMAN, 1996; LEE; RAINFORTH, 1994).

Figura 8 - Estágios da sinterização via fase sólida: (a) partículas do pó; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário e (d) estágio final.

Fonte: LEE, W. E.; RAINFORTH, W. M. *Ceramic Microstructures: Proper-ty Control by Processing*. London: Chapman & Hall, 1994.

A Figura 8 (a) mostra as partículas do material antes do processo de sinterização, a Figura 8 (b) apresenta o estágio inicial, aonde ocorre o rearranjo das partículas e a formação das ligações fortes (pescoço) nas regiões de contato, aumentando a densidade relativa em 10 %. O estágio intermediário apresentado na Figura 8 (c) mostra o aumento dos contatos entre as partículas, diminuído a porosidade e aumentando a retração. Nesta etapa, o contorno de grãos é formado e cresce lentamente, assim a densidade relativa pode chegar a 90 %. No estágio final, Figura 8 (d), os poros já isolados na etapa anterior se fecham e são eliminados parcialmente, causando pouca densificação, porém com crescimento dos grãos (GERMAN, 1996; LEE; RAINFORTH, 1994; SHAW, 1989). O crescimento de grãos ocorre pelo movimento dos contornos, na qual a força motriz é a diferença na energia livre do material nos dois lados de um contorno, fazendo este se mover na direção do centro de curvatura (CALLISTER; RETHWISCH, 2012; GERMAN, 1996).

3.5.2 Sinterização por fase líquida

Na sinterização por fase líquida ocorre a existência da fase sólida e da fase líquida, durante um período do processo de sinterização. O processo de sinterização via fase líquida pode ser dividida em três etapas: rearranjo de partículas, solução-difusão-precipitação e remoção de poros (GERMAN, 1996).

No início do processo, se a solubilidade do sólido no líquido for alta, a fase líquida se espalha entre as partículas do material, gerando forças capilares que ocasionam no rearranjo das partículas, promovendo um máximo empacotamento. Quando a solubilidade do sólido é baixa, a densificação devido ao rearranjo de partículas pode ser inibida, caso haja a formação de um esqueleto rígido de partículas devido a sinterização no estado sólido durante o aquecimento (GERMAN, 1996).

A etapa de solução-difusão-precipitação depende da solubilidade do sólido no líquido, pois a densificação depende do transporte de matéria pelo líquido (GERMAN, 1996). Este estágio é caracterizado pela densificação, acomodação de forma dos grãos, achatamento de contatos, eliminação parcial de poros e aglutinação dos pescoços. A Figura 9 apresenta os possíveis mecanismos de densificação que podem ocorrer durante a etapa intermediária. O primeiro mecanismo, denominado de achatamento, ocorre até que o pescoço atinja uma condição de equilíbrio (Figura 9 (a)) (GERMAN, 1996; KINGERY, 1959). O segundo mecanismo envolve a dissolução de pequenos grãos, seguida pela difusão e precipitação do material dissolvido sobre os grãos maiores, promove a ocupação dos espaços vazios por acomodação da forma dos grãos, além de favorecer o preenchimento dos poros restante pelo líquido (Figura 9 (b)). O terceiro mecanismo envolve o crescimento do pescoço entre as partículas (Figura 9 (c)) (GERMAN, 1996).

Figura 9 - Exemplo da formação do pescoço no estágio intermediário da sinterização via fase líquida: (a) achatamento de contato; (b) dissolução de grãos finos e (c) difusão no estado sólido

Fonte: GERMAN, R. M. *Sintering Theory and Practice*. New York: Wiley, 1996.

O mecanismo solução-difusão-precipitação continua durante a etapa final da sinterização via fase líquida (GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2003). Nesta etapa, ocorre pouca densificação e eliminação dos poros residuais (DONG; JAIN; HARMER, 2005).

A eliminação de poros residuais pode ocorrer pelo achatamento de contato e preenchimento dos poros (KANG, 1987; KANG; KIM; YOON, 1991; KINGERY, 1959; KINGERY; LEE; KANG, 1998; MORTENSEN, 1997; NARASIMHAN, 1959).

As técnicas de sinterizações têm avançado nos últimos anos, e podem ser classificadas em convencionais e não-convencionais.

As técnicas convencionais são as mais utilizadas em escala industrial, como por exemplo, os fornos resistivos e fornos a lenha. Estes tipos de fornos trabalham com baixas taxas de aquecimento, elevados tempos de sinterização, e demandam um alto consumo energético (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

Para diversos tipos de cerâmica, uma técnica inovadora que vem sendo bastante utilizada é a sinterização por micro-ondas. O aquecimento do material ocorre por dispersão de energia eletromagnética. Os resultados são bastante promissores, proporcionando aos materiais uma microestrutura mais uniforme, alta densidade, melhores propriedades mecânicas e menor gasto energético devido a menores tempos e temperaturas de sinterização. (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007; PRESENDA et al., 2015).

3.5.3 Sinterização Convencional

O processo de sinterização convencional de materiais é comumente utilizado para a calcinação de cerâmicas. Nesse método, a energia é transferida por meio de convecção, condução, radiação e calor, a partir da superfície do material, ou seja, o aquecimento ocorre de fora para dentro (THOSTENSON; CHOU, 1999; THOMAZINI et al., 2011). O processo é realizado a lentas taxas de aquecimento para que não ocorram grandes variações de temperatura que influenciam no tamanho dos grãos (THOSTENSON; CHOU, 1999).

O forno intermitente é o mais antigo utilizado. Seu funcionamento ocorre com o calor sendo gerado fora do forno e circula no interior aquecendo o material cerâmico. O seu aquecimento não é uniforme podendo superaquecer alguns materiais a ponto de danificá-los. Esses fornos são compostos de alvenaria cerâmica espessa e carregados manualmente pelos trabalhadores. Suas principais características são baixa produtividade, alta necessidade de mão-de-obra e elevado consumo energético (BASTOS, 2003; SANTOS; SILVA, 1995). Os fornos intermitentes mais usados no Brasil são os modelos caieira, paulistinha abóboda, vagão e metálico (FIEMG, 2013).

O forno contínuo é formado por uma série de câmaras que são aquecidas uma após a outra de forma regular. A queima é realizada quando o combustível é despejado através de aberturas no topo da câmara que atingem a temperatura desejada (BUSTAMANTE, 1986 *apud* GRIGOLETTI, 2001¹; SEDENE/ITEP, 1988). Os fornos desse tipo mais utilizados no Brasil são o forno túnel e o forno Hoffmann (FIEMG, 2013).

O forno resistivo é bastante utilizado em laboratório. Seu aquecimento ocorre com resistência que ficam ao redor da parte interna do forno. Assim, quando acionadas, elas aquecem os corpos de prova, ocorrendo a sinterização. Esse forno trabalha com baixas taxas de aquecimento e resfriamento (SILVA; ALVES JUNIOR, 1998).

3.5.4 Sinterização não-convencional

Alguns estudos utilizando micro-ondas e outros métodos já ocorreram buscando benefícios em relação aos métodos convencionais, sendo eles microestruturas mais finas e

¹ Referência: BUSTAMANTE, G. M. Os fornos utilizados na indústria cerâmica. Cerâmica, São Paulo, v. 32, n.201, p. 8-11, out 1986.

homogêneas, melhores propriedades mecânicas e altas taxas de aquecimento em tempo reduzido, ocasionando menor consumo energético. Embora haja muito interesse em processar cerâmicas por micro-ondas, existem poucos estudos sobre sinterização de cerâmicas tradicionais. São raras as pesquisas para a cerâmica vermelha, apesar de a mesma ter sido o primeiro tipo de cerâmica sinterizado em forno de micro-ondas na década de 60 (FERNANDES et al, 2013; KEYSON, 2006; MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007a).

Existem diferentes métodos de sinterização não convencional para cerâmicas, sendo alguns deles: a seletiva por laser, plasma e micro-ondas.

A sinterização seletiva por laser ocorre quando se incide um feixe de laser em uma amostra aquecendo-a. O equipamento utilizado emite um feixe de laser que é refletido em um espelho que se move, assim o feixe faz uma varredura sobre uma camada de pó solto. O calor que é gerado faz com que a parte mais externa do material se funda. Assim a região em que o laser atingiu é sinterizada. Esse processo é utilizado em polímeros, mais alguns estudos estão sendo realizados para a cerâmica (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007; SILVA; ALVES JUNIOR, 1998).

A sinterização por plasma, chamada de “Spark Plasma Sintering (SPS)”, ocorre por um gás que conduz eletricidade, ele pode ser gerado com a utilização de energia que ocasione ionização do mesmo garantindo sua estabilidade. São utilizadas três energias ionizantes, o calor, a radiação e a descarga elétrica. Assim, sinterização nesse caso ocorre quando a amostra é exposta a um plasma inerte ou reativo, que faz o bombardeio de íons sobre o material aquecendo-o da parte externa para a parte interna. Diferente das taxas de aquecimento dos fornos, esse método pode aquecer rapidamente, com uma rampa de aproximadamente 150 °C/min (KEMER; JOHNSON, 1985). Alguns estudos com cerâmicas como a alumina e a zircônia mostraram que esse método apresenta altas taxas de sinterização, menor tamanho de grãos, altas densidades finas e melhor resistência mecânica se comparado a métodos convencionais (SILVA; ALVES JUNIOR, 1998).

A energia de micro-ondas vem sendo utilizadas em diversas aplicações nos últimos anos (AGRAWAL, 2005; CHENG; ROY; AGRAWAL, 2001; DEKSNYS et al., 2007; KUMAR; MATHEWS, 2005; ORLOV et al., 2005). As micro-ondas são utilizadas a mais de 50 anos em diversas áreas. O primeiro uso extensivo ocorreu na área de comunicação como radares, televisão e satélites, em seguida se difundiu para os setores de processamento de alimentos,

terapia medicinal e síntese de polímeros (GARAGALZA et al., 2017; OLIVEIRA, 2017; THOSTENSON; CHOU, 1999; WU; LIU; XU, 2016; YANIK, 2017).

3.5.4.1 Sinterização em forno de micro-ondas

A sinterização de materiais cerâmicos é uma área em crescente desenvolvimento, devido a tentativa de substituir o aquecimento convencional. Na sinterização por micro-ondas o material é aquecido volumetricamente, devido a interação entre o campo eletromagnético e as moléculas, o calor é gerado no interior do material, e posteriormente se difunde (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; BORELL et al, 2012; CHENG; ROY; AGRAWAL, 2002; THOSTENSON; CHOU, 1999). Assim a sinterização em forno de micro-ondas proporciona vantagens como altas taxas de aquecimento, redução do tempo de processo, redução do consumo de energia, melhores taxas de densificação, aquecimento uniforme, diminuição da temperatura de sinterização, diminuição dos diferenciais térmicos, melhores propriedades físicas e mecânicas (AGRAWAL, 1998; BOCH; LEQUEUX, 1997; MENEZES; KIMINAMI, 2007a; PIAN et al, 2015; RYBAKOV; OLEVSKY; KRIKUN, 2013; SILVA et al, 2012a). A Figura 10 apresenta a diferença de aquecimento em forno convencional e em forno de micro-ondas.

Figura 10 - Padrões de aquecimento em forno convencional e em forno de micro-ondas.

Fonte: adaptada de BHATTACHARYA, M.; BASAK, T. A review on the susceptor assisted microwave processing of materials. **Energy**, v. 97, p.306-338, fev. 2016.

As micro-ondas são ondas eletromagnéticas que abrangem uma faixa de frequência no espectro de 0,3 a 300 GHz, com intervalo de onda de 1 m a 1 mm (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; THOSTENSON; CHOU, 1999). As frequências normalmente utilizadas para aquecimento são de 0,0915 e 2,45 GHz. Isso se deve por dois motivos. O primeiro é que elas estão em uma das bandas de rádio industriais, científicas e médicas dispostas para fins não comunicacionais. O segundo é que a profundidade de penetração das micro-ondas é maior para essas faixas de frequências (THOSTENSON; CHOU, 1999; SUTTON, 1989). As micro-ondas são coerentes e polarizadas e podem ser transmitidas, absorvidas ou refletidas de acordo com o tipo de material (SUTTON, 1989).

O aquecimento por micro-ondas ocorre, pois, o material possui moléculas polarizadas em posições aleatórias, que são orientadas devido a aplicação de um campo elétrico, conforme apresentado na Figura 11 (CLARK; SUTTON; LEWIS, 1997; LUO et al., 2014; MA, 2009; MARTÍNEZ, 2015). A distribuição do campo eletromagnético dentro dos objetos normalmente depende das: propriedades dielétricas e magnéticas efetivas do material que variam com a temperatura e estrutura, as dimensões e propriedades do aplicador em que o processo é realizado, as condições de correspondência entre o micro-ondas fonte, linha de transmissão e aplicador, etc. (RYBAKOV; OLEVSKY; KRIKUN, 2013).

Figura 11 - Posição das moléculas (a) no estado natural e (b) sob o campo elétrico.

Fonte: adaptada de MARTÍNEZ, R. B. **Desarrollo de materiales cerámicos avanzados con altas prestaciones mediante técnicas no convencionales de sinterización: micro-ondas**. 2015. 224p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica e de Materiais) – Universitat Politècnica de València, Valencia, 2015.

A mudança de posição das moléculas acarreta na geração de calor (Figura 12) (MARTÍNEZ, 2015). Assim o aquecimento ocorre devido à energia absorvida pela vibração molecular. A vibração ocorre na mesma intensidade e ao mesmo tempo, o calor é gerado em toda a amostra de dentro para fora provocando a formação de gradientes de temperatura e fluxos

de calor invertido (BORELL et al., 2013; CLARK; SUTTON,1996). Assim, o material é aquecido de maneira rápida e uniforme evitando a geração de grandes tensões térmicas.

Figura 12 – Orientação das moléculas sob a ação do campo elétrico.

Fonte: adaptada de MARTÍNEZ, R. B. **Desarrollo de materiales cerámicos avanzados con altas prestaciones mediante técnicas no convencionales de sinterización: micro-ondas**. 2015. 224p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica e de Materiais) – Universitat Politècnica de València, Valencia, 2015.

A absorção das micro-ondas varia de acordo com a composição e estrutura de fases, isso possibilita um aquecimento seletivo, pois cada matéria interage de uma forma com as micro-ondas (BENAVENTE et al., 2014; CLARK; FOLZ; WEST, 2000; MA, 2009; OGHBAEI; MIRZAEI, 2010). Segundo MA et al., (2009), as vantagens do uso das micro-ondas estão relacionadas diretamente com capacidade intrínseca que cada óxido possui em absorver a energia de micro-ondas.

Figura 13 - Interação das micro-ondas com os diferentes materiais: (a) transparentes; (b) condutores e (c) alta perda dielétrica.

Fonte: adaptada de OGHBAEI, M.; MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sinter-ing: A review of fundamentals, advantages and applications. **J. Al-loy. Compd.**, v. 494, n. 1-2, p. 175-189, 2010.

As interações são exemplificadas na Figura 13. Os materiais transparentes a micro-ondas (cerâmicas em geral) são materiais com baixa perda dielétrica, as ondas passam totalmente sem que ocorram interações ou perdas de energia. Porém, quando são aquecidos acima de determinada temperatura crítica passam a absorver mais micro-ondas (BENAVENTE et al., 2014; BHATTACHARYA; BASAK, 2016; MENEZES; SOUTO, KIMINAMI, 2007a).

Os materiais condutores (normalmente metais), refletem as micro-ondas sem que elas penetrem, esses são classificados como materiais opacos (MENEZES; SOUTO, KIMINAMI, 2007a). Já nos materiais de absorção com uma ou mais fases, que são os materiais com alta perda dielétrica, as micro-ondas são absorvidas eficientemente até certo ponto, com base no valor do fator de perda dielétrica, provocando o rápido aquecimento do material (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; VENKATESH; RAGHA-VAN, 2004).

Pode ainda haver uma quarta classificação, sendo aqueles que possuem uma absorção mista, que pode ser observada em compósitos ou materiais de múltiplas fases. Nesses materiais, a matriz é um isolante com baixas perdas e a fase dispersa é um material de elevada perda dielétrica. Neste caso, as micro-ondas são absorvidas pelo componente com alta perda dielétrica, enquanto passam pelo material com baixa perda dielétrica com pouca perda de energia (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; VENKATESH; RA-GHAVAN, 2004). Assim, a fase com altas perdas dielétricas se aquece preferencialmente e transfere a energia para a matriz, que também irá se aquecer rapidamente. Portanto, a adição de fases condutoras ou magnéticas aumenta a absorção de micro-ondas nos materiais transparentes (BENAVENTE et al., 2015; SUTTON, 1989).

A maioria das cerâmicas é transparente a micro-ondas nas temperaturas iniciais na frequência de 2,45 GHz, o que dificulta seu aquecimento (OGHBAEI; MIRZAEI, 2010). Com isso, podem ocorrer instabilidades térmicas, causando a não uniformidade de aquecimento, que ocasiona crescimento de grãos exagerado (NIGHTINGALE; WORTNER; DUNNE, 1997; OGHBAEI; MIRZAEI, 2010). Nas temperaturas elevadas, pode ocorrer instabilidade térmica que causa excitação dos gases, superaquecimento das amostras e o fenômeno termal-runaway. Esse efeito é um problema de gradiente térmico que ocorre nos aquecimentos volumétricos, causando grandes diferenças de temperatura, uma vez que um determinado ponto do material pode estar mais aquecido do que os pontos ao seu redor (JANNEY; CALHOUN; KIMREY, 1992; PRESENDA et al., 2015; XIE et. al., 1999).

Para evitar esses problemas, pode-se utilizar três diferentes tipos de aquecimento. O primeiro ocorre somente modificando a frequência do equipamento para uma que ocorra a absorção da radiação pelo material. O segundo seria a associação do aquecimento convencional para as temperaturas menores e em seguida com o micro-ondas. E o terceiro é a utilização de um material chamado susceptor. Os dois últimos métodos recebem o nome de sinterização híbrida (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; GOLDSTEIN; GIEFMAN; BAR ZIV, 1998; MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007a; THOSTENSON; CHOU, 1999; THRIDANDAPANI, 2009; WANG et al, 2006). A Figura 14 apresenta o perfil de temperatura na sinterização convencional, por micro-ondas e híbrida.

Figura 14 - Perfil da temperatura dentro do material em: (a) aquecimento convencional; (b) aquecimento por micro-ondas e (c) aquecimento híbrido.

Fonte: adaptada de OGHBAEI, M.; MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. **J. Al-loy. Compd.**, v. 494, n. 1-2, p. 175-189, 2010.

Os susceptores são materiais que possuem alta perda dielétrica em baixas temperaturas, eles absorvem a energia de micro-ondas e transferem calor para o material a ser sinterizado até uma temperatura crítica em que o próprio material passa a absorver micro-ondas de forma eficiente (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; MARTÍNEZ, 2015; MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007 b, c;).

O susceptores podem ser de dois tipos, os consumidos durante a sinterização e os permanentes. Os consumidos são utilizados para aquecer o material até uma determinada temperatura, na qual ele passa a absorver as micro-ondas de forma eficiente, alguns desses susceptores utilizados são o carbono, ligantes, nitrato e polímeros, que queimam em altas temperaturas (MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007a).

Já os susceptores permanentes não queimam em altas temperaturas e permanecem durante toda a sinterização, fornecendo uma distribuição mais uniforme de temperatura. O aquecimento do material ocorre em duas direções, do núcleo até a superfície, o que é ocasionado pelas micro-ondas, e da superfície até o núcleo com a ajuda do susceptor, devido à radiação de infravermelho, convecção ou condução (MARTÍNEZ, 2015). O carvão de silício é o material

mais utilizado como susceptor permanente, devido à sua resistência química e estabilidade estrutural em altas temperaturas (MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007a). A Figura 15 exemplifica o aquecimento em micro-ondas com o auxílio do susceptor.

Figura 15 - Direção do aquecimento por micro-ondas e pelo susceptor.

Fonte: adaptada de BHATTACHARYA, M.; BASAK, T. A review on the susceptor assisted microwave processing of materials. **Energy**, v. 97, p.306-338, fev. 2016.

Além de um forno de micro-ondas e susceptores, é necessária uma caixa de isolamento, que é constituída por uma pequena câmara fabricada a partir de placa de isolamento rígido de baixa densidade. São necessárias baixas densidades e baixas perdas dielétricas para que a caixa seja transparente as micro-ondas. A caixa deve atuar como um forno dentro da câmara de micro-ondas ou aplicador, pois permite que as micro-ondas passem, mas contém o calor gerado pelo conteúdo (BHATTACHARYA; BASAK, 2016; OGHBAEI; MIRZAEI, 2010).

3.5.4.2 Aplicações

Algumas aplicações na área cerâmica foram estudadas nos últimos anos, porém, são poucos os trabalhos que envolvem cerâmica vermelha.

Ebadzadeh; Sarrafi; Salahi (2009) estudaram o comportamento de multização de uma mistura de argila e alumina, sinterizados em forno de micro-ondas e forno elétrico. As amostras de argila e alumina foram conformadas por pressão uniaxial. Para a sinterização em forno de micro-ondas utilizou-se um cadinho de carbetto de silício, pois ambos os materiais utilizados possuem baixa perda dielétrica. A sinterização em forno convencional ocorreu a 1400 °C por 2

h com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, em forno de micro-ondas utilizou-se 770 °C por 5 min., 940 °C por 10 min., 1218 °C por 15 min. e 1280 °C por 20 min.. Os resultados obtidos mostraram que ocorreu a sinterização completa a 1280 °C em 20 min. no forno de micro-ondas. Porém nessas mesmas condições, identificou-se picos de alumina, concluindo que ocorreu uma reação incompleta. A maior densificação ocorreu em uma temperatura mais baixa em forno de micro-ondas. A sinterização em forno de micro-ondas proporcionou uma diminuição de 120 °C na temperatura, a densidade obtida foi maior em forno micro-ondas do que em forno convencional. A sinterização em forno de micro-ondas reduziu o tamanho de grãos da amostra quando comparado ao método convencional.

Silva et al (2012a) estudaram a sinterização por micro-ondas de porcelanas odontológicas. Os materiais foram sinterizados com uma potência de 1,4 kW, sendo expostos a temperatura máxima por 10 min. Os resultados obtidos não mostraram interferência nas propriedades físicas dos materiais, e pode ser realizada em tempos menores, diminuindo assim o consumo de energia e o tempo de trabalho.

Fernandes et al (2013) avaliaram a monoqueima de porcelanas esmaltadas em forno de micro-ondas. Essa sinterização permitiu uma diminuição de tempo do processamento total de 5 a 8 h para 24 min, totalizando menos de 10 % do tempo de queima, com elevadas taxas de aquecimento de 50 °C/min. Foram obtidas peças com alta qualidade, excelente acoplamento esmalte/substrato. Foi possível sinterizar peças de porcelana esmaltadas com formatos complexos, obtendo características homogêneas e acabamento superior as sinterizadas em forno convencional, com o diferencial da redução de tempo. Os resultados obtidos evidenciam a eficiência e viabilidade do processamento por micro-ondas de cerâmicas convencionais de alta qualidade.

Borell et al (2014) sinterizaram corpos de prova de alumina (Al_2O_3) com zircônia (ZrO_2) e de hidroxiapatita em forno de micro-ondas com taxa de aquecimento de 100°C/min, e em forno convencional com taxa de aquecimento de 5 °C/min. Os corpos de prova de Al_2O_3 e ZrO_2 , foram expostas as temperaturas de 1200, 1300 e 1400 °C durante 1 min. no forno de micro-ondas, em forno convencional as temperaturas foram de 1300 e 1400 °C por 2 h. A hidroxiapatita foi exposta a 900 e 1000 °C por 15 min. em micro-ondas, e a 900 e 1000 °C por 2 h em forno convencional. Os resultados obtidos para os corpos de prova sinterizados em micro-ondas apresentaram vantagens em relação a sinterização convencional. A sinterização em forno de micro-ondas proporcionou uma microestrutura mais fina, melhores propriedades

mecânicas, diminuição do consumo de energia devido aos tempos de ciclos mais curtos, assim um produto de melhor qualidade e maior eficiência energética.

Pian et al (2015) pesquisaram sobre a sinterização por micro-ondas de rolos de carbetto de silício. As peças de carbetto de silício foram conformadas por extrusão e posteriormente por prensagem isostática, sinterizadas em forno de micro-ondas a 900, 950, 980 e 1000°C por 10 min.. Em forno convencional, as peças foram sinterizadas nas temperaturas de 1300, 1350, 1380 e 1400 °C respectivamente por 6 h com a taxa de aquecimento de 2 °C/min. Os resultados obtidos indicaram que a melhor temperatura para a sinterização em forno de micro-ondas é de 980 °C. Os valores de resistência a flexão e porosidade são próximos aos obtidos pela sinterização convencional a 1380 °C, tem assim uma queda de 400 °C na temperatura de exposição.

Taurino et al (2017) estudaram a produção de tijolos cerâmicos de argila e cinzas produzidas durante a incineração de resíduos sólidos municipais (MSW) por meio do processo de sinterização assistido por micro-ondas. As amostras foram preparadas por compressão isostática a frio, sinterizadas pelo método convencional a 1000 °C por 5 min com uma taxa de aquecimento de 30 °C/min, em forno de micro-ondas a uma frequência de 2,45 GHz, nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C por 5 min. Os resultados obtidos mostraram que é possível obter tijolos cerâmicos com MSW, sinterizadas em forno de micro-ondas, os parâmetros (encolhimento, absorção de água e resistência à compressão) correspondente aos padrões para tijolos de argila tradicionais foram obtidos em tratamento térmico a uma temperatura de 900°C por 5 min. A configuração experimental utilizada para o aquecimento híbrido com micro-ondas contribuiu para uma mudança nas medidas de temperatura de cerca de 100 °C abaixo da temperatura real. O fenômeno de transferência de calor eficiente devido à irradiação da micro-ondas associada ao uso de cinzas (MSW) contribuiu para a fabricação de um material cerâmico sustentável, caracterizado por economia de energia e matéria-prima.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi desenvolvido na Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) na cidade de Pirassununga-SP, nos Laboratórios de Construções Rurais e Ambiente, e Multiusuários de Caracterização de Materiais, do Departamento de Engenharia de Biossistemas. O programa experimental foi estruturado com a finalidade de atingir os objetivos previstos nesta dissertação e pode ser resumido conforme o fluxograma da Figura 16.

Figura 16- Fluxograma do cronograma de pesquisa.

Fonte: Própria autoria.

4.1 Matérias-Primas

Nesta seção são apresentadas as matérias-primas utilizadas em todo o programa experimental.

4.1.1 Argila vermelha

A Figura 17 apresenta a imagem da argila vermelha que foi coletada na empresa Maristela Telhas Ltda. (Top Telha), produtora de telhas cerâmicas na cidade de Leme, interior do estado de São Paulo.

Figura 17- Argila vermelha.

Fonte: Própria autoria.

4.1.2 Cinza do bagaço da cana-de-açúcar

A CBCA, utilizada para a produção dos agregados, foi fornecida pela Usina Baldin Bioenergia da cidade de Pirassununga-SP. Esta cinza foi seca em estufa em temperatura de 60 °C, até que sua massa se estabilizasse. Isso ocorreu em aproximadamente 48 h. As Figuras 18 (a) e (b) apresentam, respectivamente, o local onde foi coletado a cinza e a imagem da cinza após ser seca em estufa.

Figura 18 - Cinza do bagaço da cana-de-açúcar; a) no local coletado; b) após seca em estufa

Fonte: Própria autoria.

4.2 Caracterização das matérias-primas

4.2.1 Espectrometria de Fluorescência de raios X e Perda ao Fogo

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) é uma técnica que permite a identificação e concentração dos elementos químicos presentes na amostra do material desejado. As composições químicas das amostras de argila e cinza do bagaço de cana-de-açúcar foram determinadas, utilizando o equipamento de espectro de fluorescência de raios X, da marca PANalytical modelo MiniPal4. Para a realização do ensaio, foi utilizado o método de pastilha de pó prensado (PPP).

A perda ao fogo (PF) é realizada para identificar a quantidade de perda de massa até determinada temperatura. As perdas ao fogo foram realizadas a 1100 °C por 1 h, com taxa de aquecimento de 10°C/min, de acordo com a norma ASTM C114 (2007).

4.2.2 Difração de raios X

A análise de difração de raios X (DRX) permite a identificação da composição mineralógica dos sólidos cristalinos da matéria-prima.

As análises de difração de raios X da argila e da CBCA foram realizadas com o auxílio de um difratômetro de raios X da marca Rigaku Rotaflex modelo Miniflex 600, com monocromador de grafite no feixe secundário, operando a 40 kV/15 mA. Para a análise, as amostras foram depositadas em lâmina de vidro e todas as medidas foram feitas sob as mesmas

condições experimentais, ângulo de varredura de $2^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ e passo $5^\circ/\text{min}$ em temperatura ambiente.

4.2.3 Termogravimetria

A termogravimetria (TG) é uma técnica que monitora continuamente a variação de massa de uma amostra em função da temperatura, ou tempo em atmosfera controlada. A derivada da massa em função do tempo (DTG) proporciona a informação da velocidade da perda de massa com a variação de temperatura ou tempo.

Os ensaios de termogravimetria da argila e cinza do bagaço de cana-de-açúcar (CBCA) foram realizados no equipamento DTA/TGA/DSC da NETZSCH modelo STA449 F3 Júpiter. A taxa de aquecimento utilizada foi de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, em atmosfera de nitrogênio de $20\text{ ml}/\text{min}$. As temperaturas inicial e final da análise foram 25°C e 1300°C , respectivamente.

4.2.4 Distribuição granulométrica a laser

A análise de distribuição granulométrica a laser permite a identificação dos tamanhos de partículas presentes na amostra.

As análises de tamanho de partículas da argila e da CBCA foram realizadas no Analisador de Tamanho de Partículas a Laser, da marca Horiba modelo LA-950V2. O meio de dispersão utilizado para as duas amostras foi o álcool isopropílico.

4.2.5 Massa específica real

A massa específica real é a razão entre a massa e o volume das matérias-primas secas, excluindo-se os vazios.

A massa específica real da argila e da CBCA foi determinada utilizando-se um multiplicnômetro a gás hélio, da marca Quantachrome Instruments, modelo 1000. O gás hélio é injetado no equipamento para que todos os vazios existentes na amostra sejam preenchidos. Assim, o volume de uma massa conhecida da amostra foi determinado pela variação de pressão do gás em um volume calibrado.

4.3 Conformação dos corpos de Prova

Para a confecção dos corpos de prova foram realizadas três diferentes composições A primeira com argila e 35 % de água. A segunda com argila, adição de 20 % de CBCA e 38% de água em relação a massa total. E a terceira de argila, adição de 40 % de CBCA e 38% de água em relação a massa total (Tabela 4).

A quantidade de água adicionada foi determinada de acordo com Santis (2016). Os teores de cinzas utilizados são superiores aos 10% recomendados pela literatura para telhas e blocos cerâmicos, pois para a produção de agregados leves se busca uma menor massa específica do material.

As matérias-primas foram adicionadas em um misturador intensivo da marca “Eirich Industrial Ltda”, modelo RV02/E, do ano de 2013, e homogeneizadas durante 5 min. Em seguida as massas com diferentes misturas foram extrudadas em uma extrusora (Figura 19 (a)) de pequeno porte da marca “Indústria de Marombas Gelenski Ltda”, modelo MVI-05, número 00659, série C4-2007, em formato de barra cilíndrica com 1,5 cm de diâmetro (Figura 19(b)). O material extrudado foi cortado em tamanhos de 3 cm de comprimento, isso ocorreu para se enquadrar os corpos de prova na norma do ensaio de resistência (ABNT, 2007) a compressão (NBR 5739), que indica que a altura deve ser 2 vezes o tamanho do diâmetro.

Os corpos de prova ficaram em uma sala por 24 h para secagem natural e após isso em estufa a 100°C por 48 h. Foram confeccionados 500 corpos de prova de cada composição.

Tabela 4 - Composições das misturas para conformação dos corpos de prova.

Matérias-primas	Teores de cinzas adicionadas às misturas		
	0%	20 %	40 %
Argila (g)	3000	3000	3000
Cinza (g)	0	600	1200
Água (g)	1050	1400	1600

Fonte: Própria autoria.

Figura 19 – a) Extrusora e b) boquilha utilizadas para a conformação dos corpos de prova.

Fonte: Própria autoria.

4.3.1 Densidade à verde (método geométrico)

A densidade a verde é a relação entre a massa e o volume dos corpos de prova já conformados e secos, antes da sinterização.

Após a secagem dos corpos de prova, obteve-se a massa com uma balança analítica AdventurerOhaus, e o volume determinado com as medidas de diâmetro e comprimento obtidas com um paquímetro digital da marca Mitutoyo modelo CD-8" CX-B, código 500-172-20B, com precisão de 0,02 mm. A partir da Equação 1, calcula-se a densidade à verde.

$$\rho = \frac{M}{V} \quad (1)$$

Onde,

ρ = densidade à verde (g/cm³);

M = massa dos corpos de prova (g);

V = volume dos corpos de prova (cm³).

4.3.2 Pré-sinterização e sinterização

Os corpos de prova foram pré-sinterizados em forno convencional da marca Fornos Jung, modelo 10010, número 4718. A pré-sinterização ocorreu a 600 °C por 60 min., com taxa de aquecimento de 5 °C/min.

Após a pré-sinterizados foi realizada a sinterização em forno convencional da marca Fornos Jung, modelo 10013, número 6192, com potência de 7000 W e em forno micro-ondas de frequência 2,45 GHz e potência de saída de 900W. A sinterização em forno convencional

foi realizada com taxa de aquecimento de 10 °C/min., sendo que os corpos de prova foram expostos às temperaturas máximas de 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C e 1100 °C por 60 min.

No forno de micro-ondas as temperaturas máximas utilizadas foram as mesmas, porém a taxa de aquecimento foi de 50°C/min. Os corpos de provas foram inseridos no interior de uma caixa isolante de alumina com placas de carbeto de silício na parte inferior e laterais. Em seguida, as temperaturas desejadas foram programadas em um controlador, que monitora a temperatura no interior do forno de micro-ondas a partir de um termopar. O material ficou submetido às temperaturas máximas por 5, 10 e 15 min. Nas Figuras 20 e 21 observa-se o interior do forno de micro-ondas, em que a caixa de alumina é o material isolante e a placa com coloração cinza é o susceptor de carbeto de silício. Foram sinterizados 24 corpos de prova para cada composição e condição estudadas

Figura 20 –Forno de micro-ondas utilizado para a sinterização a) vista externa e b) vista interna do equipamento.

Fonte: Própria autoria.

Figura 21 - Vista superior do forno de micro-ondas.

Fonte: Própria autoria.

4.4 Caracterização dos corpos de prova sinterizados

Depois de conformados, secos e sinterizados, os corpos de prova foram submetidos aos ensaios de retração linear, resistência à compressão, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, difração de raios X, termogravimetria, microscopia eletrônica de varredura e microtomografia.

A Tabela 5 apresenta a quantidade de corpos de prova utilizados para cada técnica de caracterização realizada.

Tabela 5 - Técnicas de caracterização realizadas.

Quantidade de corpos de prova	Caracterização dos corpos de prova
10	Retração linear e resistência à compressão
5	Absorção de água
5	Porosidade aparente e massa específica aparente
1	Difração de raios X
1	Termogravimetria
1	Microtomografia por raio-X
1	Microscopia eletrônica de varredura

Fonte: Própria autoria.

4.4.1 Retração linear

A retração linear, é analisada para analisar o controle dimensional dos corpos de prova, assim é possível identificar o quanto eles retraem após a sinterização.

Para o ensaio de retração linear, os corpos de prova foram medidos em três pontos distintos de seus comprimentos, utilizando-se um paquímetro digital da marca Mitutoyo modelo CD-8" CX-B, código 500-172-20B, com precisão de 0,02 mm.

A primeira medição foi realizada após a secagem em estufa e antes da sinterização. Após realizada as medidas, os corpos de prova foram pré-sinterizados em forno convencional e sinterizados em forno convencional e forno de micro-ondas

Após sinterização os corpos de prova foram novamente medidos, como feito anteriormente, e a partir da Equação 2, calculou-se a retração linear, para os corpos de diferentes composições e temperaturas de sinterização.

$$RL = (Lo - Lf) \quad (2)$$

Onde,

RL = Retração linear (mm);

Lo = comprimento médio dos corpos de prova antes da sinterização (mm);

Lf = comprimento médio dos corpos de prova após a sinterização (mm).

4.4.2 Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão permitiu avaliar o esforço suportado pelo material de acordo com a composição, tempo, temperatura e forno de sinterização.

O ensaio de resistência à compressão nos corpos de prova sinterizados foi realizado baseado em uma adaptação do ensaio de resistência à compressão em corpos de prova cilíndricos de concreto (ABNT NBR 5739:2007).

Nesta etapa os corpos de prova foram submetidos à força de compressão de 5 kN, aplicada em Máquina Universal de Ensaio Mecânicos EMIC DL 30000. A Equação 3 foi utilizada para obter os resultados de resistência à compressão dos materiais.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3)$$

Onde,

σ = resistência à compressão (MPa);

F = força aplicada no material para fratura (N);

A = área da superfície em que é aplicada a força (mm²).

4.4.3 Absorção de água

O ensaio de absorção de água permite analisar o quanto de água esse material irá absorver quando utilizado na prática.

O ensaio de absorção de água foi baseado na ASTM C373-88:2006. Os corpos de prova foram pesados em uma balança da marca Marte Balanças e aparelhos de precisão Ltda, modelo AS 5500. Após isso, foram colocados imersos em água a temperatura de aproximadamente 100 °C, durante 5 h e em seguida em temperatura ambiente por 24 h.

Após o período de imersão, os corpos de prova foram secos superficialmente com toalha de papel, e novamente pesados. A partir destes valores, calculou-se a absorção de água de cada um dos corpos de prova utilizando a Equação 4.

$$AA = \left(\frac{M_u - M_s}{M_s} \right) * 100 \quad (4)$$

Onde,

AA = Absorção de água (%);

Mu = massa úmida dos corpos de prova, em gramas;

Ms = massa seca dos corpos de prova, em gramas.

4.4.4 Porosidade aparente e massa específica aparente

A porosidade aparente indica a porcentagem de poros abertos encontrados no material, os quais são interligados. A massa específica aparente indica a densidade do material após a sinterização.

Os corpos de prova foram imersos em água, em temperatura ambiente, por aproximadamente 48 h. Após o período de imersão, os corpos de prova foram pesados após serem ligeiramente secos por uma toalha de papel para se obter a massa úmida, e a massa imersa. Os ensaios foram baseados na norma ASTM C373-88:2006 e no princípio de Arquimedes. Com as Equações 5 e 6, calculou-se as porosidades aparentes e massas específicas aparentes dos corpos de prova analisados.

$$PA = \left(\frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \right) * 100 \quad (5)$$

$$MEA = \left(\frac{M_s}{M_u - M_i} \right) \quad (6)$$

Onde,

PA = Porosidade aparente;

MEA = Massa específica aparente;

Mu = massa úmida dos corpos de prova (após imersão por 48 h em água);

Ms = massa seca dos corpos de prova;

M_i = Massa imersa dos corpos de prova (saturados e pesados imersos em água (Arquimedes)).

4.4.5 Análise Estatística

Os valores obtidos para retração linear, resistência à compressão, absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente foram avaliados pela estatística descritiva, com o propósito de organizar os resultados. Como medida de tendência central foi adotada a média aritmética e, como medida de dispersão, o coeficiente de variação.

Após a análise descritiva, os dados foram submetidos a uma análise inferencial utilizando o software SAS 9.4 para diagnosticar a existência de diferença significativa entre os tratamentos estudados. Os dados comparados pelo teste de comparação múltipla (Tukey) quando a ANOVA for significativa, sendo ambos testados a $p < 0,05$.

4.4.6 Corpos de prova sinterizados a 1100 °C

Os ensaios de difração de raios-x, termogravimetria, microtomografia por raio-x e microscopia eletrônica de varredura foram realizados somente para os corpos de prova sinterizados em forno convencional e em forno de micro-ondas por 10 minutos a 1100 °C. Essa escolha ocorreu, pois, essa temperatura proporcionou melhores resultados obtidos nos ensaios anteriores, para a produção de agregados leves.

4.4.6.1 Difração de raios X

As análises de DRX dos corpos de prova foram realizadas com o auxílio de um difratômetro de raios X da marca Rigaku Rotaflex modelo Miniflex 600, com monocromador de grafite no feixe secundário, operando a 40 kV/15 mA. Para a análise, os corpos de prova foram moídos com o auxílio de um almofariz e pistilo, e passados em malha de 100 mesh. Todas as medidas foram feitas sob as mesmas condições experimentais, ângulo de varredura de $2^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ e passo $5^\circ/\text{min}$ em temperatura ambiente.

4.4.6.2 Termogravimetria

O ensaio de TG dos corpos de prova foram realizados no equipamento DTA/TGA/DSC da NETZSCH modelo STA409C. Para isso, os corpos de prova foram moídos com o auxílio de um almofariz e pistilo. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min, em atmosfera de nitrogênio de 20ml/min. As temperaturas inicial e final das análises foram 25 °C e 1100 °C, respectivamente.

4.4.6.3 Microtomografia por raio-x

Os corpos de prova analisados possuíam dimensões de 1,5 cm x 0,4 cm (diâmetro x altura), e foram obtidos com uma cortadeira de precisão, marca Struers, modelo Miniton, em corte manual dos corpos de prova iniciais com dimensões de 1,5 cm x 3 cm.

Para obter imagens de microtomografia foi utilizado um Microtomógrafo de Raios-X (Sky Scan 1172). As imagens obtidas foram binarizadas e suavizadas com os filtros de erosão e dilatação em Photoshop, para eliminar os possíveis ruídos da imagem. Em seguida processadas pelo software CT-Analyser 1.6.1 do próprio equipamento de microtomografia, aonde foi gerado um relatório com as informações de tamanho de poros e suas respectivas quantidades e esfericidade desses poros.

Para a visualização da imagem tridimensional utilizou-se o software CTvox 2.4, também do equipamento de microtomografia.

4.4.6.4 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite a visualização microestrutural dos corpos de prova, podendo identificar poros, contornos de grãos, tamanho de grãos entre outros.

As caracterizações microestruturais foram realizadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura FEG, da marca Philips, XL 30. Para as análises os corpos de prova foram cortados com uma cortadeira de precisão, marca Struers e modelo Miniton, para o alinhamento da superfície. Após o corte, os corpos de prova foram lixados em uma lixa de 1000 mm. E em seguida polidos na politriz da marca Struers TegraPol-11 em solução diamantada na sequência de 9, 6, 3 e 1µm. Após esse procedimento os corpos de prova foram recobertos com uma camada de ouro para observação a 10 kV no equipamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a apresentação dos resultados, as análises foram divididas em três etapas, sendo elas: caracterização das matérias-primas, caracterização dos corpos de prova e a caracterização dos corpos de prova sinterizados.

5.1 Caracterização das matérias-primas

5.1.1 Espectrometria de Fluorescência de Raio X e Perda ao fogo

A análise de FRX, permitiu determinar a composição dos óxidos presentes na argila e na CBCA, e seus respectivos valores de PF. Os teores de óxidos presentes na argila e na CBCA, obtidos por FRX e PF são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Composição química (expressa em percentual de massa do óxido correspondente) e perda ao fogo das matérias-primas.

Óxidos (%)	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	SO ₃	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	Cl	Perda ao Fogo
Argila	13,33	66,11	-	-	4,87	-	0,95	-	6,82	-	7,92
CBCA	3,58	20,62	2,39	1,65	4,51	4,51	0,88	0,11	2,82	0,93	58,00

Fonte: Própria autoria.

A argila analisada apresentou altos teores de dióxido de silício (SiO₂) em sua composição, representando 66,11%. O teor de SiO₂ e o Al₂O₃ presentes nas matérias-primas influenciam a resistência à compressão dos materiais sinterizados devido a formação da fase vítrea (SANTIS, 2012). O Fe₂O₃ presente na constituição da matéria-prima, ocasiona a coloração avermelhada das peças após a sinterização.

A amostra de CBCA apresentou alta porcentagem de perda ao fogo, sendo 58% da sua composição. o que pode representar a presença de matéria orgânica e hidrocarbonetos. O SiO₂ compõe aproximadamente 21% da cinza. Como a argila apresenta maior teor de SiO₂, a adição de CBCA na mesma diminui a quantidade de SiO₂ da massa total e aumenta a quantidade de materiais que volatizam. Isso pode proporcionar menor fase vítrea e aparecimento de espaços vazios, diminuído então a resistência a compressão do material.

5.1.2 Difração de raios X

As Figuras 22 e 23 apresentam os difratogramas e as respectivas fases presentes na argila e na CBCA.

Figura 22 – Difratograma de raio x da argila.

Fonte: Própria autoria.

A amostra de argila apresenta picos característicos de muscovita e um pico de illite, que são argilominerais com características expansivas. A amostra apresentou como principal característica um pico acentuado na faixa de $2\theta = 27^\circ$, que pode ser um indício da presença de quartzo livre em sua composição, sendo o quartzo livre um dos principais formadores da fase vítrea dos produtos cerâmicos. Percebe-se ainda um pico de magnetita, o que está ligado à presença de ferro nas amostras, e pode ser responsável pela coloração avermelhada dos corpos de prova após a sinterização, como mencionado na análise de FRX.

Figura 23 - Difratoograma de raio x da CBCA.

Fonte: Própria autoria.

A composição mineralógica da CBCA é formada por uma fase amorfa, provavelmente correspondente a matéria orgânica presente nessa matéria-prima, e de quartzo, devido a cana-de-açúcar ser considerada uma planta acumuladora de silício (Si) e provavelmente a contaminação de solo no processo de colheita da cana-de-açúcar (KORNDORFER; PEREIRA; NOLLA, 2004)

5.1.3 Termogravimetria

Os termogramas (TGA) e a segunda derivada (DTG) da argila e da CBCA são apresentadas nas Figuras 24 e 25 respectivamente.

Figura 24 – Termograma e segunda derivada da argila.

Fonte: Própria autoria.

Analisando o termograma e a segunda derivada da argila é possível identificar um pico endotérmico entre as temperaturas de 50°C a 150°C, que pode ser referente à perda de umidade superficial. Outro pico endotérmico entre as temperaturas de 400°C a 600°C, que provavelmente está associada a perda de matéria orgânica, a decomposição dos argilominerais, com a consequente perda de hidroxilas (água intersticial). Isto está ligado a plasticidade da massa cerâmica, já que quanto maior a perda de hidroxilas, menor será o valor de plasticidade dessas massas. Ocorreu uma perda de massa total de 7,92 %.

A partir de 600°C a perda de massa é relativamente baixa. Assim, pode-se concluir que a temperatura de sinterização próxima a 700 °C é viável, já que a maior perda de massa ocorreu até 600°C.

Figura 25 – Termograma e segunda derivada da CBCA.

Fonte: Própria autoria.

O termograma e a segunda derivada da CBCA apresentaram uma perda de massa entre as temperaturas próximas a 75 e 137°C, que pode estar relacionada a perda de água. A perda de massa entre as temperaturas de 297 e 354°C, indica a volatilização da matéria orgânica que não foi totalmente volatilizada durante a queima do bagaço da cana-de-açúcar na indústria. Entre as temperaturas de aproximadamente 819 e 871°C, ocorreu uma perda de massa provavelmente em decorrência da decomposição do carbonato de cálcio. O total de perda de massa até a temperatura de 1300°C foi de 35,78%.

5.1.4 Distribuição granulométrica a laser

A Tabela 7 apresenta os valores de diâmetros equivalentes das partículas de argila e da CBCA.

Tabela 7 - Diâmetro equivalente das partículas das matérias-primas.				
Matéria-prima	D10(μm)	D50(μm)	D90(μm)	Diâmetro médio (μm)
Argila	5,546	16,661	113,043	51,833
CBCA	13,017	44,540	114,900	56,511

Nota: D10: tamanho de partícula abaixo do qual se situa 10% do material; D50: tamanho de partícula abaixo do qual se situa 50% do material; D90: tamanho de partícula abaixo do qual se situa 90% do material. Fonte: Própria autoria.

As Figuras 26 e 27 apresentam as curvas de distribuições discretas e acumuladas de tamanho de partículas da argila e CBCA, respectivamente.

Figura 26 - Distribuições discretas e acumuladas de tamanho de partículas da argila.

Fonte: Própria autoria.

Com base nos valores dos diâmetros, pode-se observar que a argila possui 90% de suas partículas inferiores a 113 μm . De acordo com a classe de tamanho de partículas do solo, a argila utilizada possui, 0% de argila (diâmetros menor que 2 μm), 73,15 % de silte (diâmetros entre 2 e 50 μm), 20,24% de areia fina (diâmetros entre 50 e 200 μm) e 6,60% de areia grossa (diâmetros entre 200 e 2000 μm) (ABNT, 1995).

Figura 27 - Distribuições discretas e acumuladas de tamanho de partículas da CBCA.

Fonte: Própria autoria.

De acordo com os valores dos diâmetros, observar-se que a CBCA possui 90% das partículas com tamanhos inferiores a 114 μm . Sendo que 0% são de argila (diâmetros menor que 2 μm), 50,35 % de silte (diâmetros entre 2 e 50 μm), 47,72% de areia fina (diâmetros entre 50 e 200 μm) e 1,91% de areia grossa (diâmetros entre 200 e 2000 μm) (ABNT, 1995).

5.1.5 Massa específica real

O valor de massa específica real para a argila foi de 2,64 g/cm^3 . A CBCA apresentou, massa específica de 1,31 g/cm^3 .

5.2 Caracterização dos corpos de prova

5.2.1 Densidade á verde

As densidades à verde obtidas para as diferentes composições dos corpos de prova antes da sinterização são apresentadas na Tabela 8. Como esperado, a densidade obtida para os corpos de prova conformados somente com argila é superior às com adição de cinza, visto que a massa específica real da mesma também é superior. Assim quando maior a adição de CBCA, a densidade a verde tende a ser menor.

Tabela 8 - Densidade à verde para as diferentes composições de agregado.

Composições	Densidade à Verde (g/cm^3)
Argila	1,76
Argila + 20 % CBCA	1,40
Argila + 40 % CBCA	1,10

Fonte: Própria autoria.

5.3 Caracterização dos corpos de prova sinterizados

5.3.1 Retração linear

As retrações lineares obtidas para dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA e com adição de 40 % de CBCA são apresentadas nas Tabelas 9, 10 e 11 e na Figura 28 a), b) e c) respectivamente.

Os corpos de prova e suas diferentes composições, apresentaram aumento na retração linear com o aumento da temperatura. Os valores mais expressivos são para as temperaturas a partir de 900 °C. De acordo com a literatura, para temperaturas de até 1000 °C, as peças de cerâmica vermelha são sinterizadas via fase sólida, já acima de 1000 °C, são sinterizadas via fase líquida, formando um fluxo viscoso, que proporciona maior densificação ao material, ocasionando assim maior retração (MILHEIRO et al, 2005; REED, 1995).

Os corpos de prova de cerâmica vermelha foram os que apresentaram menor retração linear, assim possuindo maior estabilidade dimensional. Conforme o aumento da adição de cinza a retração linear aumentou. Isso pode ter ocorrido pois a cinza adicionada aos corpos de prova apresentou uma alta perda ao fogo (58 %), assim com a sinterização as matérias orgânicas e hidrocarbonetos volatizaram, fazendo com que o material retraísse.

O forno de micro-ondas proporcionou maior retração aos corpos de prova quando comparado ao forno convencional. Isso ocorre, pois, esse método de sinterização proporciona maior densificação aos materiais cerâmicos, assim ocorrendo maior retração. A temperatura de 1100 °C foi a que apresentou maior variabilidade estatística entre as sinterizações. Para a cerâmica vermelha a maior retração foi obtida em forno de micro-ondas em 10 min sendo 64 % maior do que em forno convencional. Para cerâmica vermelha com adição de 20 %, o maior valor foi obtido em forno de micro-ondas em 15 min, 41 % maior que em forno convencional. E para cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA, a sinterização em forno de micro-ondas por 10 minutos proporcionou um aumento de 62% quando comparado ao forno convencional.

Tabela 9 – Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (mm)	10 min (mm)	15 min (mm)	60 min (mm)
700	0,07 ^a	0,01 ^a	0,13 ^a	0,07 ^a
800	0,08 ^a	0,08 ^a	0,14 ^a	0,26 ^a
900	0,12 ^b	0,2 ^b	0,45 ^a	0,28 ^b
1000	0,71 ^b	0,94 ^{ba}	1,08 ^a	0,94 ^{ba}
1100	2,14 ^c	2,96 ^a	2,57 ^b	1,80 ^d

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 10 - Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (mm)	10 min (mm)	15 min (mm)	60 min (mm)
700	0,06 ^a	0,08 ^a	0,06 ^a	0,09 ^a
800	0,07 ^a	0,08 ^a	0,08 ^a	0,13 ^a
900	0,42 ^a	0,58 ^a	0,38 ^a	0,37 ^a
1000	1,36 ^b	1,68 ^a	1,75 ^a	1,05 ^b
1100	2,88 ^b	3,17 ^{ba}	3,39 ^a	2,40 ^c

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 11 - Valores médios de retração linear (mm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (mm)	10 min (mm)	15 min (mm)	60 min (mm)
700	0,18 ^a	0,18 ^a	0,13 ^a	0,20 ^a
800	0,56 ^a	0,25 ^b	0,20 ^b	0,45 ^{ba}
900	0,90 ^a	0,56 ^{cb}	0,37 ^c	0,69 ^b
1000	1,62 ^b	2,14 ^a	2,01 ^a	1,86 ^{ba}
1100	4,11 ^b	4,79 ^a	4,33 ^b	2,95 ^c

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Figura 28 - Curvas típicas de retração linear (mm) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA.

Fonte: Própria autoria

5.3.2 Resistência à compressão

As Tabelas 12, 13 e 14 e a Figura 29 a), b) e c) apresentam os valores obtidos no ensaio de resistência à compressão para os corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA e com adição de 40 % de CBCA, respectivamente.

É possível observar que para todos os casos, o aumento da temperatura proporciona o aumento nos valores de resistência à compressão. Isso ocorre, pois, o aumento da temperatura proporciona maior sinterabilidade (MILHEIRO et al, 2005; REED, 1995).

Os resultados obtidos mostraram que a adição de CBCA tende a diminuir a resistência mecânica dos corpos de prova, assim quanto maior for a adição de CBCA, menor será a resistência do material, o que já esperado devido a matéria orgânica presente antes da sinterização.

As médias de resistência à compressão obtidas para cerâmica vermelha são próximas entre si até a temperatura de 900 °C, quando ocorre a finalização da transição de fase (α -quartz) para a hexagonal (β -tridimito). Após esta etapa nas temperaturas superiores, a sinterização de 10 min em forno de micro-ondas apresentou desempenho superior conforme verificado pelo Teste de Tukey, resultando em valores de resistência à compressão cerca de 57 % maior do que as sinterizadas convencionalmente na temperatura de 1100 °C. Este fato ocorreu provavelmente devido ao início da transição para a fase cristobalita (KEEN, 1999).

Na maioria dos casos, os resultados de resistência à compressão, obtidos para os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas se mostraram superior aos sinterizados em forno convencional. Esse efeito pode ser atribuído ao processo de sinterização em forno de micro-ondas, que ocorre de maneira mais uniforme no volume do material (CHENG et al., 2002; KEYSON et al., 2006; MENEZES et al., 2007a; THOMAZINI et al., 2011).

A cerâmica com adição de 20 % de CBCA, apresentou um aumento na resistência a compressão de 58 % para os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas por 15 min a 1100 °C, quando comparado ao convencional. Já para a cerâmica vermelha com adição de 40 % CBCA, houve um aumento de 86 % para os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas por 15 minutos, em relação a sinterização convencional.

Comparando os resultados obtidos com os valores da argila expandida (12 MPa), a cerâmica vermelha a partir de 900 °C para todos os métodos de sinterização atinge esse valor, e para a cerâmica com adição de 20 e 40 % de CBCA somente os corpos de prova sinterizados

em forno de micro-onda a 1100 °C obteve valores iguais ou superiores a 12 MPa (CIXEXPAN, 2018).

Tabela 12 – Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (Mpa)	10 min (Mpa)	15 min (Mpa)	60 min (Mpa)
700	12,41 ^b	8,74 ^b	9,21 ^b	9,49 ^b
800	10,11 ^a	10,3 ^a	9,34 ^a	9,94 ^a
900	17,83 ^a	20,26 ^a	18,18 ^a	22,58 ^a
1000	32,15 ^{ba}	34,95 ^a	30,55 ^{ba}	26,81 ^b
1100	35,8 ^b	44,35 ^a	38,69 ^b	28,21 ^c

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 13 - Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (Mpa)	10 min (Mpa)	15 min (Mpa)	60 min (Mpa)
700	3,15 ^a	3,03 ^a	3,79 ^a	3,46 ^a
800	3,37 ^b	3,39 ^b	4,36 ^a	3,43 ^b
900	6,29 ^b	6,75 ^b	7,32 ^a	6,25 ^b
1000	10,63 ^{ba}	9,16 ^{ba}	11,63 ^a	8,69 ^b
1100	16,42 ^{ba}	16,93 ^{ba}	18,93 ^a	11,96 ^b

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 14 - Valores médios de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (Mpa)	10 min (Mpa)	15 min (Mpa)	60 min (Mpa)
700	1,11 ^a	1,10 ^a	1,11 ^a	1,22 ^a
800	1,42 ^a	1,26 ^a	1,29 ^a	1,28 ^a
900	2,94 ^a	2,33 ^a	1,58 ^b	2,61 ^a
1000	4,57 ^b	5,22 ^{ba}	5,80 ^a	5,01 ^{ba}
1100	12,80 ^{ba}	13,55 ^{ba}	16,20 ^a	8,69 ^b

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Figura 29 - Curvas típicas de resistência à compressão (MPa) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA.

Legenda: A linha vermelha indica o valor de resistência a compressão por esmagamento (12 MPa) da argila expandida (único agregado comercial no Brasil). Fonte: Própria autoria.

5.3.3 Absorção de água e porosidade aparente

As Tabelas 15, 16 e 17 e a Figura 30 a), b) e c) apresentam os valores de absorção de água, obtidos para os corpos de prova de argila, argila com adição de 20 % de CBCA e 40 % de CBCA, respectivamente.

A absorção de água está relacionada ao volume poros que estão conectados com a superfície dos corpos de prova. Como observado a absorção de água tende a diminuir com o aumento da temperatura, devido à maior sinterabilidade, diminuindo a quantidade de poros do material. Os valores mais significativos são encontrados para a temperatura de 1100 °C, provavelmente devido a sinterização por fase líquida.

O aumento da adição de cinza causou um aumento na absorção de água devido a maior quantidade de poros existente no material, ocasionando maiores defeitos.

Para cerâmica vermelha e cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA, os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas por 15 min a 1100 °C apresentaram um menor valor de absorção de água, sendo 58 % inferior em relação a sinterização convencional para a cerâmica vermelha e 41 % inferior ao convencional para a cerâmica com adição de 40 % de CBCA. Pode-se atribuir esse efeito à maior densificação da cerâmica sinterizada em forno de micro-ondas quando comparadas à sinterização convencional. Já os corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas por 10 min, apresentaram uma diminuição de 23 % da absorção de água em relação a sinterização convencional (CHENG et al., 2002; KEYSON et al., 2006; MENEZEZ et al., 2007; THOMAZINI et al., 2011).

Comparando os resultados de absorção de água obtidos com os valores da argila expandida (7 %), somente o corpo de prova de cerâmica vermelha sinterizada em forno de micro-ondas por 10 minutos obteve um valor inferior ao a argila expandida (CIXEXPAN, 2018).

Tabela 15 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	21,01 ^a	21,39 ^a	19,71 ^a	21,29 ^a
800	22,05 ^a	19,39 ^a	21,45 ^a	21,47 ^a
900	21,56 ^a	20,83 ^a	20,00 ^a	20,18 ^a
1000	17,71 ^a	16,50 ^b	16,50 ^b	16,13 ^a
1100	8,65 ^{ba}	9,53 ^{ba}	5,32 ^b	12,64 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 16 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	39,56 ^a	39,65 ^a	42,30 ^a	40,45 ^a
800	41,56 ^a	43,13 ^a	41,33 ^a	41,67 ^a
900	37,90 ^b	40,71 ^a	35,28 ^b	38,65 ^a
1000	29,94 ^b	32,52 ^b	30,74 ^b	34,35 ^a
1100	21,93 ^b	21,73 ^b	22,17 ^b	28,31 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 17 - Valores médios de absorção de água (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	68,61 ^a	70,19 ^a	68,35 ^a	70,80 ^a
800	68,26 ^a	72,21 ^a	70,55 ^a	69,89 ^a
900	69,60 ^a	66,36 ^b	65,77 ^b	65,22 ^b
1000	51,66 ^b	53,92 ^b	52,31 ^b	56,57 ^a
1100	33,66 ^b	29,10 ^{cb}	27,91 ^c	47,30 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Figura 30 - Curvas típicas de absorção de água (%) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA.

Legenda: A linha vermelha indica o valor de absorção de água (7 %) da argila expandida (único agregado comercial no Brasil). Fonte: Própria autoria.

As Tabelas 18, 19 e 20 e a Figura 31 a), b) e c) apresentam os valores de porosidade aparente, obtidos para os corpos de prova de argila, argila com adição de 20 % de CBCA e 40 % de CBCA, respectivamente.

Os valores de porosidade aparente são condizentes com a absorção de água. Sendo assim, os que apresentaram menores resultados foram os corpos de prova de cerâmica vermelha, e os maiores resultados, os corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA. Os corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados em forno de micro-ondas por 10 min apresentaram uma redução da porosidade aparente de 86 % em relação a sinterização convencional. Para cerâmica vermelha com adição de 20 e 40 % de CBCA, os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas por 15 min a 1100 °C apresentaram um menor valor de porosidade aparente, sendo 45 % inferior em relação a sinterização convencional para a cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA e 32 % inferior ao convencional para a cerâmica com adição de 40 % de CBCA.

Tabela 18 - Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	34,76 ^a	34,19 ^{ba}	34,11 ^b	34,52 ^{ba}
800	34,62 ^a	34,74 ^a	34,56 ^a	34,47 ^a
900	33,99 ^a	31,93 ^{ba}	33,63 ^{ba}	29,88 ^b
1000	29,30 ^a	28,68 ^{ba}	27,34 ^b	27,55 ^b
1100	14,51 ^b	2,57 ^c	12,55 ^b	19,16 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 19 – Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	45,69 ^a	45,64 ^a	45,66 ^a	45,75 ^a
800	45,78 ^a	46,13 ^a	46,73 ^a	45,93 ^a
900	42,64 ^c	44,98 ^a	43,37 ^{cb}	44,03 ^b
1000	35,14 ^b	40,98 ^a	34,68 ^b	41,17 ^a
1100	24,92 ^b	26,69 ^b	19,02 ^c	34,84 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 20 – Valores médios de porosidade aparente (%) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (%)	10 min (%)	15 min (%)	60 min (%)
700	54,93 ^a	53,13 ^a	55,05 ^a	55,59 ^a
800	54,45 ^a	54,41 ^a	55,02 ^a	55,64 ^a
900	54,14 ^a	53,83 ^a	54,14 ^a	52,80 ^a
1000	49,66 ^a	48,29 ^{ba}	47,16 ^b	49,88 ^a
1100	32,71 ^b	31,92 ^b	29,54 ^b	43,59 ^a

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Figura 31 - Curvas típicas de porosidade aparente (%) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA.

Fonte: Própria autoria.

5.3.4 Massa específica aparente

A massa específica aparente dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % e 40 % de CBCA e são apresentadas nas Tabelas 21, 22 e 23 e na Figura 32 a), b) e c) respectivamente.

A massa específica está diretamente ligada aos valores de absorção de água e porosidade aparente, sendo que quanto maior estes valores, menor será a massa específica, devido ao material ter mais poros e ser então mais leve.

Para todas as composições estudadas, percebeu-se que os corpos de prova sinterizados a 1100 °C, apresentaram maior massa específica aparente, isso se deve provavelmente devido a sinterização por fase líquida, que proporciona maior densificação ao material.

Os corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados em forno de micro-ondas por 10 min, apresentaram um aumento de 10 % na massa específica em relação aos sinterizados em forno convencional. Os corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas por 10 min, apresentaram um aumento de 8 % na massa específica quando comparado aos sinterizados em forno convencional. Já os corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % sinterizados em forno de micro-ondas por 15 min, foram os que apresentam maior aumento, sendo de 25 % na massa específica em relação aos sinterizados em forno convencional.

Comparando os resultados obtidos com os valores de massa específica da argila expandida (1,11 g/cm³) (CIXEXPAN, 2018). A composição estudada que mais se aproximou dos valores do agregado comercial foi a cerâmica vermelha com adição de 40 % CBCA sinterizadas por micro-ondas.

Tabela 21 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (g/cm ³)	10 min (g/cm ³)	15 min (g/cm ³)	60 min (g/cm ³)
700	1,67 ^a	1,66 ^a	1,68 ^a	1,66 ^a
800	1,66 ^a	1,66 ^a	1,65 ^a	1,67 ^a
900	1,66 ^b	1,71 ^b	1,68 ^b	1,79 ^a
1000	1,78 ^a	1,79 ^a	1,84 ^a	1,82 ^a
1100	2,07 ^b	2,20 ^a	2,06 ^b	1,99 ^c

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 22 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (g/cm ³)	10 min (g/cm ³)	15 min (g/cm ³)	60 min (g/cm ³)
700	1,28 ^a	1,26 ^a	1,26 ^a	1,26 ^a
800	1,26 ^a	1,25 ^a	1,25 ^a	1,26 ^a
900	1,32 ^a	1,27 ^a	1,30 ^a	1,31 ^a
1000	1,45 ^a	1,36 ^b	1,47 ^a	1,37 ^b
1100	1,58 ^a	1,63 ^a	1,58 ^a	1,50 ^b

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Tabela 23 - Valores médios de massa específica aparente (g/cm³) dos corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA sinterizados nas diferentes condições.

Temperatura (°C)	Micro-ondas			Convencional
	5 min (g/cm ³)	10 min (g/cm ³)	15 min (g/cm ³)	60 min (g/cm ³)
700	0,90 ^a	0,93 ^a	0,93 ^a	0,91 ^a
800	0,94 ^a	0,93 ^a	0,92 ^a	0,95 ^a
900	0,95 ^a	0,95 ^a	0,94 ^a	0,92 ^a
1000	1,04 ^a	1,08 ^a	1,08 ^a	1,04 ^a
1100	1,42 ^b	1,39 ^{ba}	1,47 ^a	1,18 ^c

Médias seguidas de letras diferentes nas colunas, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade. Fonte: Própria autoria.

Figura 32 - Curvas típicas de massa específica aparente (g/cm^3) dos corpos de prova sinterizados por micro-ondas (Mic) e convencional (Con) a) de cerâmica vermelha; b) cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA; c) cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA.

Legenda: A linha vermelha indica o valor da massa específica aparente ($1,1 \text{ g/cm}^3$) da argila expandida (único agregado comercial no Brasil). Fonte: Própria autoria.

5.4 Caracterização dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C

Os ensaios de termogravimetria, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e microtomografia, foram realizados somente nos corpos de prova sinterizados em forno convencional e em forno de micro-ondas por 10 min a 1100 °C. Essa escolha ocorreu, pois, essa temperatura proporcionou os melhores resultados de resistência a compressão, aliados a massa específica aparente, para a produção de agregados leves quando comparados a argila expandida

5.4.1 Termogravimetria

Na Figura 33 a termogravimetria dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C apresentou uma perda total de aproximadamente 4 % massa entre as temperaturas de 25 °C à 1100 °C para as diferentes composições e métodos de sinterização, provavelmente devido a perda de umidade do material. Porém não houve reação durante essa perda de massa, o que indica que todas as reações ocorreram durante a sinterização.

Figura 33 – Termogravimetria representativa dos corpos de prova sinterizados à 1100 °C.

Fonte: Própria autoria.

5.4.2 Difração de raios X

A Figura 34 a) e b) apresentam os DRXs dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % e 40 % de CBCA sinterizados à 1100 °C em forno convencional e forno de micro-ondas respectivamente.

De acordo com os picos característicos de difração, é possível notar que não houve diferença na composição dos mesmos, independente da adição de CBCA e do tipo de sinterização. Todas as composições para os dois tipos de sinterização apresentaram como fase cristalina bernalite ($\text{Fe}(\text{OH})_3$), hedenbergite ($\text{FeCa}(\text{Si}_2\text{O}_6)$), hematita (Fe_2O_3), muscovita ($\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{F},\text{OH})_2$), quartzo (SiO_2) e rutilo (TiO_2). Com predominância dos picos de quartzo, já que o mesmo predomina nas matérias-primas utilizadas.

Figura 34 - Difratoograma de raios X dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C em a) forno convencional; b) forno de micro-ondas .

Fonte: Própria autoria.

5.4.3 Microtomografia por raio-x

A distribuição dos tamanhos de poros (15 – 1480 μm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % e 40 % de CBCA sinterizados à 1100 °C em forno convencional e forno de micro-ondas, são apresentados na Figura 35 a), b), c), d), e) e f).

Os corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados em forno de micro-ondas apresentaram uma menor quantidade de poros em relação a sinterização em forno convencional. Isso ocorreu, pois, a sinterização em forno de micro-ondas ocorre de maneira volumétrica, proporcionando estrutura mais homogênea e maior densificação do material (CHENG et al., 2002; KEYSON et al., 2006; MENEZES et al., 2007a; THOMAZINI et al., 2011). Os poros presentes na cerâmica vermelha apresentaram uma distribuição de tamanho que variam de 15 a 150 μm .

Os corpos de prova de cerâmica vermelha com adição de 20 % e 40 % de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas, apresentaram maior quantidade de poros quando comparados a sinterização convencional, isso pode ter ocorrido devido à maior eficiência na volatilização da CBCA no forno de micro-ondas.

Os corpos de prova com adição de CBCA apresentaram uma distribuição de tamanho de poros variando de 15 a 1000 μm , isso se dá devido ao aumento de matéria orgânica que é volatilizada durante a sinterização. Porém a maior quantidade de poros está localizada na faixa de 15 a 150 μm .

Quando se analisa a quantidade de poros e a porosidade aparente é possível notar que os corpos de prova com adição de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas, apresentam uma maior quantidade de poros e uma menor porosidade aparente. Isso provavelmente ocorreu pois os tamanhos de poros estão somente sendo analisados a partir de 15 μm , não sendo avaliados os poros menores que 15 μm . Sendo assim os corpos de prova sinterizados em forno convencional devem possuir uma maior quantidade de poros inferiores a 15 μm , sendo o forno de micro-ondas mais eficiente na densificação, ocasionando o fechamento desses poros.

Figura 35 – Tamanho dos poros presentes nos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas .

Fonte: Própria autoria.

A esfericidade dos poros (m^3/m^3) (diâmetro entre 15 – 1480 μm) dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA e 40 % de CBCA são apresentadas na Figura 36 a), b), c), d), e) e f).

Os valores de esfericidade indicam que quanto mais próximo de 100, mais esférico é o poro. O esperado, era que os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas apresentassem uma maior quantidade de poros esféricos, pois como o aquecimento e resfriamento ocorrem mais rápidos os gases gerados nos corpos de prova proporcionariam poros esféricos. Porém este fato não pode ser observado.

Os corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados em forno convencional apresentaram uma maior quantidade de poros esféricos, devido a presença maior de poros no material. Já para os corpos de prova com adição de 20 % e 40 % de CBCA, as distribuições das esfericidades são muito parecidas. Os corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas possuem maior quantidade de poros, sendo assim, apresentam maior quantidade de poros esféricos.

Figura 36 – Esfericidade dos poros presentes nos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas .

Fonte: Própria autoria.

As imagens 3D dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA e cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA obtidas da Microtomografia são apresentadas na Figura 37 a), b), c), d), e) e f) respectivamente.

Nas imagens 3D é possível observar uma maior densificação dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados em forno de micro-ondas, com uma menor quantidade de defeitos, provavelmente devido ao aquecimento volumétrico. Para os corpos de prova com adição de CBCA não é possível fazer essa afirmação.

A partir das imagens pode-se visualizar que o aumento da adição de CBCA aumenta a quantidade de poros e defeitos existentes no material.

Figura 37 - Imagens 3D dos corpos de prova de cerâmica vermelha sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas .

Fonte: Própria autoria.

5.4.4 Microscopia eletrônica de varredura

As micrografias dos corpos de prova de cerâmica vermelha, cerâmica vermelha com adição de 20 % e 40 % de CBCA obtidas por MEV são apresentadas na Figura 38 a), b), c), d), e) e f) respectivamente.

É possível observar diferença na distribuição de poros para as cerâmicas vermelha sinterizadas pelos dois métodos. Nos corpos de prova sinterizados em forno de micro-ondas os poros estão isolados, ocorreu uma maior densificação da microestrutura, o que contribuiu para a redução de absorção de água e porosidade aparente e aumento da massa específica e resistência à compressão, conforme os resultados já apresentados.

Nos dois métodos de sinterização estudados para a cerâmica vermelha com adição de CBCA, percebe-se o aumento da quantidade de poros interconectados, conforme o aumento da adição de CBCA, o que se confirma com o aumento dos valores de absorção de água e porosidade aparente, e diminuição da massa específica e resistência á compressão, o que também foi observado nas microtomografias obtidas.

Figura 38 - Micrografias dos corpos de prova sinterizados a 1100 °C de cerâmica vermelha em a) forno convencional e b) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 20 % de CBCA em c) forno convencional e d) forno de micro-ondas; de cerâmica vermelha com adição de 40 % de CBCA em e) forno convencional e f) forno de micro-ondas .

Fonte: Própria autoria.

6 CONCLUSÃO

Os agregados leves de cerâmica vermelha sinterizados em forno de micro-ondas, quando comparado aos sinterizados em forno convencional, apresentaram elevação dos valores de resistência à compressão, redução dos valores de absorção de água e refinamento na microestrutura, com porosidade mais homogênea e com menor conectividade.

A adição de CBCA na cerâmica vermelha, possibilitou a redução da massa específica dos corpos de prova, principalmente os com adição de 40 %.

Os agregados com adição de 40% de CBCA sinterizados em forno de micro-ondas apresentaram valores de resistência a compressão e massa específica similares a argila expandida, o único agregado leve comercial disponível no Brasil, se mostrando assim como uma alternativa de agregados leves com baixo impacto ambiental no processo de produção, considerando a maior eficiência energética do forno de micro-ondas e do reuso de resíduos agroindustriais.

7 TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros tem-se:

1. Produzir concretos leves com os agregados desenvolvidos neste trabalho;
2. Produzir agregados leves com aditivos que contribuam para a diminuição de absorção de água pelos corpos de prova com adição de CBCA;
3. Desenvolver agregados com diferentes resíduos agroindustriais.

REFERÊNCIAS

- AGÊNCIA BRASILEIRA DE DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL (ABDI) (Distrito Federal). **Estudo técnico setorial da cerâmica vermelha:** Subsídios para a Elaboração do Plano de Desenvolvimento Sustentável da Cadeia Produtiva de Cerâmica Vermelha. Brasília: ABDI, 2016. 265 p.
- AGRAWAL, Dinesh K. Microwave processing of ceramics. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 3, n. 5, p.480-485, out. 1998.
- AGRAWAL, D. Microwave sintering developments spur emergence of new materials e technologies. **Ind. Healt.**, v. 72, n. 6, p. 37-39, 2005.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (ABCERAM). 2017. Disponível em: <http://abceram.org.br/>. Acesso em: 15 nov. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMA TÉCNICAS. **NBR 6502:** Rochas e solos. Rio de Janeiro: Moderna, 1995. 18 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739:** Concreto — Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. 2 ed. Rio de Janeiro: Moderna, 2007. 9 p.
- ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA CERÂMICA (ANICER). 2015. Relatório Anual 2015. Anicer, Rio de Janeiro.
- ASHSY, M. F. A first report on sintering diagrams. **Acta metallurgica**. V. 22, p. 275 – 289. 1974.
- ASTM C373-88, **Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products**. ASTM International. West Conshohocken, PA, 2006.
- ASTM C114-07. **Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement**. ASTM International. West Conshohocken, PA, 2007.
- BALAKRISHNAN, M.; BATRA, V. S. Valorization of solid waste in sugar factories with possible applications in India: A review. **Journal of Environmental Management**, v. 92, n. 11, p.2886-2891, nov. 2011.
- BANCO DO NORDESTE DO BRASIL S/A (BNB) (2010). **Informe Setorial Cerâmica Vermelha, outubro/2010**. Escritório Técnico de Estudos Econômicos do Nordeste – ETENE. Disponível em: https://www.bnb.gov.br/content/aplicacao/etene/etene/docs/ano4_n21_informe_setorial_ceramica_vermelha.pdf. Acesso em: 01/02/2013
- BASTOS, F. A. **Avaliação do processo de fabricação de telhas e blocos cerâmicos visando à certificação do produto**. 2003. 152 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

BECHARA, R. et al. Methodology for the optimal design of an integrated first and second generation ethanol production plant combined with power cogeneration. **Bioresource Technology**, v. 214, p.441-449, ago. 2016.

BENAVENTE, R et al. Fabrication of near-zero thermal expansion of fully dense -eucryptite ceramics by microwave sintering. **Ceramic International**, v. 40, p. 935-941, 2014.

BENAVENTE, R. et al. Fast route to 155 obtain Al₂O₃-based nanocomposites employing graphene oxide: Syn-thesis and Sintering. **Materials Research Bulletin**, v. 64, p. 245-251, 2015.

BHATTACHARYA, M.; BASAK, T. A review on the susceptor assisted microwave processing of materials. **Energy**, v. 97, p.306-338, fev. 2016.

BILBA, K.; ARSENE, M.; QUESANGA, A. Sugar cane bagasse fobre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite. **Cememnt and Concrete Composites**, v. 25, n. 1, p.91-96, 2003.

BOCH, P; LEQUEUX, N. Do microwaves increase the sinterability of ceramics? **Solid State Ionics**, v. 101-103, p.1229-1233, nov. 1997.

BORELL, A. et al. Improvement of microstructural properties of 3Y-TZP materials by conventional and non-conventional sintering techniques. **Ceramic International**, v. 38, n. 1, p. 39-43, 2012.

BORELL, A. et al. Microwave Sintering of Zirconia Materials: Mechanical and Microstructural Properties. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 10, n. 2, p.313-320, 2013.

BORELL, A. et al. Microwave Technique: A Powerful Tool for Sintering Ceramic Materials. **Current Nanoscience**, Valencia, v. 10, p.32-35, 2014.

BORLINI, M. C. et al. Influência da Temperatura de Sinterização nas Propriedades Físicas, Mecânicas e Microestruturais de Cerâmica Vermelha Incorporada com Cinza de Bagaço de Cana de Açúcar. **Revista Matéria**, Campos dos Goytacazes, v. 11, n. 4, p.435-443, maio 2006.

BORLINI, M.C., MENDONÇA, J.L.C.C., PINATTI, D.G. Cerâmica com cinza de bagaço de cana-de-açúcar: avaliação da influência da cinza e da granulometria nas propriedades físicas e mecânicas, **Anais do 17º CBECIMAT**, Foz do Iguaçu, pp. 2033-2041, novembro, 2006.

BRASIL. Ministério de Minas e Energia - MME. Balanço energético nacional Brasília. Brasília: MME, 2017.

BRITO, F. I. G. de; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, Natal, v. 3, p.204-211, maio 2007.

CABRAL, G. L. L. **Metodologia de produção e emprego de agregados de argila calcinada para pavimentação**. 2005. 358 f. Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2005.

CABRAL JUNIOR, M. et al. Argila para cerâmica vermelha. In: **Rochas e minerais industriais**. Rio de Janeiro: Luz, A.B.; Lins, F.A.F. 2008. Cap. 33, p. 747-770.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia dos materiais**: uma introdução. 5ª. ed. Rio de Janeiro. LTC, 2002.

CALLISTER, W.D.; RETHWISCH, D.G. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. Tradução de Sergio Murilo Stamile Soares. 8ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CENTRO DE TECNOLOGIA CANAVIEIRA (CTC). 2011 Disponível em: <http://www.ctcanavieira.com.br/site/>. Acesso em: 6 de jun 2017.

CHANG, S. H. et al. Evaluation of Ni-YSZ Anode fabricated by Spark Plasma Sintering for SOFC Application. **Journal Of Korean Powder Metallurgy Institute**, v. 15, n. 5, p.405-410, 28 out. 2008.

CHENG, J. et al. Microwave sintering of transparent alumina. **Materials Letters**, Amsterdam, v. 56, n. 4, p. 587-589, 2002.

CHENG, J.; ROY, R.; AGRAWAL, D. Experimental proof of major role of magnetic field losses in microwave heating of metal and metallic composites. **Journal of Materials Science Letters**, v. 20, n. 17, p. 1561-1563, 2001.

CHIANG, Y-M; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. **Physical ceramics**: principles for ceramic science and Engineering. New York: Wiley, 1997.

CHINELATTO, A. S. A. et al. Mechanisms of Microstructure Control in Conventional Sintering. In: LAKSHMANAN, A. (Ed.) Sintering of ceramics-new emerging techniques. **Intech**, p. 401-422, 2012.

CIACCO, E. F. S.; ROCHA, J. R.; COUTINHO, A. R. The energy consumption in the ceramic tile industry in Brazil. **Applied Thermal Engineering**, v. 113, p.1283-1289, fev. 2017.

CINEXPAN. **Ficha Técnica da Argila Expandida**: Características. 2019. Disponível em: <<http://www.cinexpan.com.br/pdf/ficha-tecnica-0500.pdf>>. Acesso em: 06 jan. 2019.

CLARK, D. E.; SUTTON, W.H. Microwave processing of materials. **Annual Reviews Materials Science**, v. 26, p. 299-331, 1996.

CLARK, D. E; FOLZ, D. C.; WEST, J. K. Processing materials with microwave energy. **Materials Science And Engineering: A**, v. 287, n. 2, p.153-158, ago. 2000.

CLARK, D. E.; SUTTON, W.; LEWIS, D. Microwaves: theory and application in materials proceeding IV. **Ceramic Transactions**. v. 80, p. 61-96, 1997.

COBLE, R.L. Sintering crystalline solids. I. Intermediate and final state diffusion models. **Journal of Applied Physics**, v. 32, n. 5, p. 787-792, 1961.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (CONAB). **Acompanhamento da safra brasileira de cana-de-açúcar**. – v. 1 – Brasília : Conab, 2013- v. Quadrimestral Disponível em: <<http://www.conab.gov.br>>. Acesso em: 25 jun. 2017.

CORDEIRO, G.C et al. Estudo do processo de moagem da cinza do bagaço da cana-de-açúcar visando seu emprego como aditivo mineral para concreto, In: **CONFERÊNCIA BRASILEIRA DE MATERIAIS E TECNOLOGIAS NÃO-CONVENCIONAIS: HABOTAÇÕES E INFRA-ESTRUTURA DE INTERESSE SOCIAL – NOCMAT**, 2004, Pirassununga. **Anais do Brasil NOCMAT**, Pirassununga-SP:200^a, 2004.

CORTEZ, L.; MAGALHAES, P.; HAPPI, J. Principais subprodutos da agroindústria canavieira e sua valorização. **Revista Brasileira de Energia**, Itajubá, v. 2, n. 2, p.1-17, 15 nov. 2017.

DEKSNYS, T. P. et al. Synthesizing Al₂O₃/SiC in a microwave oven: A study of process parameters. **Ceramic International**, v. 33, n. 1, p. 67-71, 2007.

DONG. W. M.; JAIN, H.; HARMER, M. P. Liquid phase sintering of alumina. I. Microstructure evolution and densification. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 88, n. 9, p. 1702-1707, 2005.

EBADZADEH, T.; SARRAFI, M. H.; SALAH, E. Microwave-assisted synthesis and sintering of mullite. **Ceramic International**, v. 35, n. 8, p. 3175-3179, 2009.

FARIA, K. C. P.; HOLANDA, J. N. F. Using SEM/EDS for characterization of clay ceramic bearing sugarcane bagasse ash waste. **Current Microscopy Contributions To Advances In Science And Technology**, Campo dos Goytacazes, v. 2, p.1085-1092, 2012.

FARIA, K. C. P.; HOLANDA, J. N. F. Incorporation of sugarcane bagasse ash waste as an alternative raw material for red ceramic. **Cerâmica**, Campo dos Goytacazes, v. 59, p.473-480, 2013.

FARIA, K.C.P., GURGEL, R.F., HOLANDA, J.N.F., “Characterization of sugarcane bagasse ash for use in ceramic bodies”, **Proceedings of 7th PETCH 09**, Atibaia, p. 1292-1295, 2009.

FARIA, K.C.P.; GURGEL, R.F.; HOLANDA, J.N.F. Recycling of sugarcane bagasse ash waste in the production of clay bricks. **Journal of Environmental Management**, v. 101, p.7-12, jun. 2012a.

FARIA, K.C.P.; GURGEL, R.F.; HOLANDA, J.N.F. Influência da adição de resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar nas propriedades tecnológicas de cerâmica vermelha. **Revista Matéria**, v. 17, n. 3, p.1055 – 1061, 2012b.

FARÍAS, R. D. et al. Effects of Wastes from the Brewing Industry in Lightweight Aggregates Manufactured with Clay for Green Roofs. **Materials**, v. 10, n. 5, p.527-544, 15 maio 2017.

FEDERAÇÃO DAS INDÚSTRIAS DO ESTADO DE MINAS GERAIS (FIEMG). **Guia técnico ambiental da indústria de cerâmica vermelha**. Belo Horizonte: FIEMG, 2013.

FERNANDES, J. P. C. et al. Monoqueima de porcelanas esmaltadas em forno de micro-ondas. **Cerâmica**, São Carlos, v. 59, p.545-550, 2013.

FREITAS, E.S., **Caracterização de cinza de bagaço da cana-de-açúcar do município de Campos dos Goytacazes para uso na construção civil**, Dissertação de (Mestrado), UENF-PPGEC, Campos dos Goytacazes, 2005.

FRÍAS, M.; VILLAR, E.; SAVASTANO, H. Brazilian sugar cane bagasse ashes from the cogeneration industry as active pozzolans for cement manufacture. **Cement & Concrete Composites**, 2011, v. 33, p.490-496, 14 nov. 2017.

GARAGALZA, O. et al. Droplet-based millifluidic device under microwave irradiation: Temperature measurement and polymer particle synthesis. **Chemical Engineering Journal**, v. 308, p.1105-1111, jan. 2017.

GERMAN, R. M. **Sintering Theory and Practice**. New York: Wiley, 1996.

GOLDSTEIN, A.; GIEFMAN, L.; BAR ZIV, S. Susceptor assisted microwave sintering of MgAl₂O₄ powder at 2.45 GHz. **Journal of Materials Science Letters**, v. 17, p. 977-979, 1998.

GOMES NETO, D. P. **Dosagem de microconcretos leves de alto desempenho para produção de pré-fabricados de pequena espessura – Estudo de caso**. São Carlos, 1998. 156p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 1998.

GRIGOLETTI, G. de C. **Caracterização de impactos ambientais de indústrias de cerâmica vermelha do estado do Rio Grande do Sul**. 2001. 154 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

GURGEL, R.F. **Caracterização físico-química e térmica de resíduo de cinza de bagaço de cana-de-açúcar**. Monografia de Graduação, UENF-CEMM, Campos dos Goytacazes, 2009.

HAMA, S. M. Improving mechanical properties of lightweight Porcelanite aggregate concrete using different waste material. **International Journal of Sustainable Built Environment**, v. 6, n. 1, p.81-90, jun. 2017.

HARDJASAPUTRA, H. et al. Performance of Lightweight Natural-Fiber Reinforced Concrete. **Matec Web Of Conferences**, v. 138, p.1-6, 2017.

INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGIA (INT) (2012). **Panorama da Indústria de Cerâmica Vermelha no Brasil**. Disponível em: http://redladrilleras.net/documentos_galeria/PANORAMA%20DA%20INDUSTRIA%20DE%20CERAMICA.pdf. Acesso em: 11 out. 2017.

JAFAARI, S.; MAHINI, S. S. Lightweight concrete design using gene expression programming. **Construction and Building Materials**, v. 139, p.93-100, maio 2017.

JANNEY, M. A.; CALHOUN, C. L.; KIMREY, H. D. Microwave Sintering of Solid Oxide Fuel Cell Materials: I, Zirconia-8 mol% Ytria. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 75, n. 2, p.341-346, fev. 1992.

KANG, S. J. L. Effect of entrapped and external gas pressure on densification during liquid phase sintering. In: **Proceedings of the 4th International Symposium on Science and Technology of Sintering**, Japan, p. 471-474, 1987.

KANG, S. J. L. **Sintering**: densification, grain grown and microstructure. London: Elsevier, 2005.

KANG, S. J. L.; KIM, K. H.; YOON. D. N. Densification and shrinkage during liquid- phase sintering. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 74, n. 2, p. 425-427, 1991.

KARAKURT, C.; ÖZEN, U. Influence of natural lightweight aggregates on the properties of concrete. **Journal of The Turkish Chemical Society**. Bilecik/Turkey, p. 9-16. 2017

KAWABATA, C. Y. **Aproveitamento de cinzas da queima de resíduos agroindustriais na produção de compósitos fibrosos e concreto leve para a construção rural**. 2008. 165 f. Tese (Doutorado) - Curso de Zootecnia, Departamento de Zootecnia, Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos - Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2008.

KAYALI, O. Fly ash lightweight aggregates in high performance concrete. **Construction and Building Materials**, v. 22, n. 12, p.2393-2399, 2008.

KAZMI, S. M. S. et al. Manufacturing of sustainable clay bricks: Utilization of waste sugarcane bagasse and rice husk ashes. **Construction and Building Materials**, v. 120, p.29-41, set. 2016.

KEEN, D.A. Local structures of amorphous and crystalline phases of silica, SiO₂, by neutron total scattering. **Journal of Physics.: Condensed Matter**, v.11, p. 9263–9273, 1999

KEMER, E. L.; JOHNSON, D. L. Microwave plasma sintering of alumina. **American Ceramic Society Bulletin**, Evanston, v. 64, n. 8, p.1132-1136, ago. 1985.

KEYSON, D. et al. Síntese e processamento de cerâmicas em forno de micro-ondas doméstico. **Cerâmica**, São Paulo, v. 52, p. 50-56, 2006.

KINGERY. W. D. Densification during sintering in the presence of a liquid phase. I. Theory. **Journal Applied Physics**, v. 30, n. 3, p. 301-306, 1959.

KINGERY, W. D; NARASIMHAN, M. D. Densification during sintering in the presence of a liquid phase. II. Experimental. **Journal Applied Physics**, v. 30, n. 3, p. 307-310, 1959.

KORNDÖRFER, G. H.; PEREIRA, H. S.; NOLLA, A. Análise de silício: solo, planta, fertilizante. Uberlândia: UFU, 7.p. **Boletim técnico**, 2. 2004.

KOTWICA, L. et al. Utilization of waste expanded perlite as new effective supplementary cementitious material. **Journal of Cleaner Production**, v. 140, p.1344-1352, jan. 2017.

KUMAR, K. S.; MATHEWS, T. Sol–gel synthesis and microwave assisted sintering of zirconia–ceria solid solution. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 391, n. 1-2, p.177-180, abr. 2005.

KUMAR, E.R., KUMAR, E.J., GUPTA, E. K. An Overview of Rha and Scba Clay Bricks. **Journal of Engineering Research and Application**, v.6, p.69-73, dez. 2016.

LEE, S. M.; KANG, S. J. L.; Theoretical analysis of liquid-phase sintering: Pore filling theory. **Acta Materialia**, v. 46, n. 9, p. 3191-3202, 1998.

LEE, W. E.; RAINFORTH, W. M. **Ceramic Microstructures: Proper-ty Control by Processing**. London: Champman & Hall, 1994.

LIU, P. et al. Lightweight expanded aggregates from the mixture of waste automotive plastics and clay. **Construction and Building Materials**, v. 145, p.283-291, ago. 2017.

LONG, G.; YANG, J.; XIE, Y. The mechanical characteristics of steam-cured high strength concrete incorporating with lightweight aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 136, p.456-464, abr. 2017.

LUO, J. et al. Preparation of Zirconia Transparent Ceramics by Low Temperature Microwave Sintering. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 14, n. 5, p.3965-3968, 1 maio 2014.

MA, S.J. et al. A new practical method to determine the microwave energy absorption ability of materials. **Minerals Engineering**, v. 22, n. 13, p.1154-1159, out. 2009.

MACEDO, R. S. et al. Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha. **Cerâmica**, Campina Grande, v. 54, p.411-417, 2008.

MARTÍNEZ, R. B. **Desarrollo de materiales cerámicos avanzados com altas prestaciones mediante técnicas no convencionales de sinterización: micro-ondas**. 2015. 224p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica e de Materiais) – Universitat Politècnica de Valencia, Valencia, 2015.

MARTINS, C.A. et al. Metodologia para Avaliação da Possibilidade de Incorporação de Resíduos Industriais em Massas Cerâmicas Conformadas por Extrusão. **Cerâmica Industrial**, São Carlos, v. 10, n. 4, p.32-34, jul. 2005.

MAYO, M. J. Processing of nanocrystalline ceramics from ultrafine particles. **International Materials Reviews**, v. 41, n. 3, p. 85-115, 1996.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Sinterização de cerâmicas em micro-ondas. Parte I: Aspectos fundamentais. **Cerâmica**, v., 53, n. 325, p. 1-10, 2007a.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Sinterização de cerâmicas em micro-ondas. Parte II: Sinterização de varistores ZnO-CuO, ferrita e porcelanas. **Cerâmica**, v. 53, n. 326, p. 108-115, 2007b.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Sinterização de cerâmicas em micro-ondas. Parte III: Sinterização de zircônia, mulita e alumina. **Cerâmica**, v., 53, n. 327, p. 218-226, 2007c.

MILHEIRO, F.A.C. et al. Densification behaviour of a red firing Brazilian kaolinitic clay. **Ceramics International**, v. 31, n. 5, p.757-763, jan. 2005.

MORAVIA, W. G. et al. Caracterização microestrutural da argila expandida para aplicação como agregado em concreto estrutural leve. **Cerâmica**, São Paulo, v. 52, n. 322, p. 193-199, 2006.

MORENO-MAROTO, J. M. et al. Manufacturing of lightweight aggregates with carbon fiber and mineral wastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 83, p.335-348, out. 2017.

MORTENSEN, A. Kinetics of densification by solution-reprecipitation. **Acta Materialia**, v. 45, n. 2, p.749-758, fev. 1997.

MUÑOZ, P. V. et al. Fired clay bricks made by adding wastes: Assessment of the impact on physical, mechanical and thermal properties. **Construction And Building Materials**, v. 125, p.241-252, out. 2016.

NASCIMENTO, R. B. **Utilização de agregados de argila calcinada em pavimentação: uma alternativa para o estado do Acre**. 2005. 171 f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

NIGHTINGALE, S. A.; WORNER, H. K.; DUNNE, D. P. Microstructural Development during the Microwave Sintering of Yttria-Zirconia Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 80, n. 2, p.394-400, fev.1997.

OGHBAEI, M.; MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 494, n. 1-2, p.175-189, abr. 2010.

OLIVEIRA, J. F. Radio frequency and microwave numerical simulation techniques based on multivariate formulations. **Applied Mathematics And Computation**, v. 294, p.238-252, fev. 2017.

ORLOV, A. V. et al. Manufacture of High-Density BaCeO₃-Based Ceramics Using Microwave Processing. **Doklady Chemistry**, v. 403, n. 1-3, p.118-120, jul. 2005.

PIAN, Xi et al. Rapid densification of SiC ceramic rollers by microwave sintering. **Advances In Applied Ceramics**, Henan, v. 114, n. 1, p.28-32, 2015.

PRACIDELLI, S. Cerâmica vermelha/estrutural. **Cerâmica**, v.27, n.135, p.34-35, mar. 1981.

PRESENDA, A. et al. Effect of microwave sintering on micro-structure and mechanical properties in Y-TZP materials used for dental applications. **Ceramic International**, v. 41, p. 7125-7132, 2015.

RAHAMAN, M. N. **Ceramic processing and sintering**. 2ed. New York: Marcel Dekker, 2003.

RAHAMAN, M. N. **Sintering of Ceramics**. Boca Raton: CRC Press , 2007.

REED, J. S. **Principles of Ceramic Processing**, 2ed. Wiley Interscience, New York, 1995.

ROCHA, R. D. C. da; ZOREL JR., H. E.; LANDO, Utilização de planejamento experimental no estudo para imobilização de lodo galvânico em cerâmica vermelha para minimização de impactos ambientais. **Cerâmica**, v.63, n. 365, p.1-10, 2017.

RODRIGUES, L. R. et al. Caracterização de resíduos sólidos da indústria de celulose tipo kraft visando sua aplicação no desenvolvimento de materiais cerâmicos. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 22, 2016, Natal. Anais... Vitória, p. 750 – 760, 2016. Disponível em: <<http://www.cbecimat.com.br/anais/PDF/104-057.pdf>>. Acesso em: 15 mar. 2017.

ROSSIGNOLO, J. A. **Concreto leve estrutural**: produção, propriedades, microestrutura e aplicações. São Paulo: PINI, 2009.

RYBAKOV, K. I.; OLEVSKY, E. A.; KRIKUN, E. V. Microwave Sintering: Fundamentals and Modeling. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 96, n. 4, p.1003-1020, 30 mar. 2013.

SADINENI, S. B.; MADALA, S.; BOEHM, Robert F. Passive building energy savings: A review of building envelope components. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 15, n. 8, p.3617-3631, out. 2011.

SALES, A. et al. Lightweight composite concrete produced with water treatment sludge and sawdust: Thermal properties and potential application. **Construction And Building Materials**, São Carlos, v. 24, p.2446-2453, jul. 2010.

SAMSON, G.; PHELIPOT-MARDELÉ, A.; LANOS, C. A review of thermomechanical properties of lightweight concrete. **Magazine Of Concrete Research**, v. 69, n. 4, p.201-216, fev. 2017.

SANTIS, B. C. **Agregado leve de argila calcinada para uso em concreto estrutural: viabilidade da cerâmica vermelha do estado de São Paulo**. 2012. 132 f. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Arquitetura e Urbanismo de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.

SANTIS, B. C. et al. Caracterização de massas cerâmicas do estado de S. Paulo para produção de agregados leves para concreto. **Cerâmica**, São Paulo, v. 59, n. 350, p. 198-205, 2013.

SANTIS, B. C. de. **Concretos leves com agregados inovadores de argila vermelha calcinada e subprodutos agroindustriais**. 2016. 113 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2016.

SANTOS, P. S. **Tecnologia de Argilas**. ed. 1, v. 2, Editora EdgardBlücher, SP (1975) 440.

SANTOS, M. G. R. **Estudo do comportamento de agregado sintético de argila calcinada para uso em revestimentos asfálticos para Manaus**. 2007. 118 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2007.

SANTOS, I. S. S.; SILVA, N. I.W. **Manual de cerâmica vermelha**. Porto alegre: SEBARE/RS, 1995. 56 p.

SEDENE/ITEP. **Conservação de energia no setor industrial** – 01 cerâmica estrutural. Recife: SEDENE/ITEP, 1988, 113p.

SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIS Á MICRO E PEQUENAS EMPRESAS (SEBRAE). **Construção civil: Cerâmica vermelha, panorama do mercado no Brasil**, 2015. 5 p.

SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIS Á MICRO E PEQUENAS EMPRESAS (SEBRAE). **Cerâmica vermelha para construção: telhas, tijolos e tubos**. [São Paulo]: SEBRAE/ESPM, 2008. 40p.

SHAFIGH, P. et al. A comparison study of the fresh and hardened properties of normal weight and lightweight aggregate concretes. **Journal of Building Engineering**, v.15, p. 252-260, 2018.

SHAW, N. J. Densification and coarsening during solid state sintering of ceramics: A review of the models. I – Densification. **Powder Metallurgy International**, v. 21, n. 3, p. 16-21, 1989.

SILVA, A. C. da; MÉXAS, M. P.; QUELHAS, O. L. G.. Restrictive factors in implementation of clean technologies in red ceramic industries. **Journal of Cleaner Production**, v. 168, p.441-451, dez. 2017.

SILVA, A. G. P. da; ALVES JÚNIOR, C. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, São Paulo, v. 44, n. 290, p.1-12, dez. 1998.

SILVA, F. D. S. C. M. et al. Utilização da energia de micro-ondas na sinterização de porcelanas dentárias. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, João Pessoa, v. 7, n. 2, p.139-143, 2012a.

SILVA, J. B. da et al. Influência da composição e das condições de queima sobre as propriedades de peças obtidas com massas da cerâmica vermelha. **56º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Curitiba, p.768-776, 2012b.

SILVA, K. L. **Obtenção de nanocompósitos de alumina-zircônia para aplicação como biomaterial**. 2011. 75p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

SILVA, R. G. da; SILVA, V. P. da. Produção mais limpa: contributos teórico-práticos para a sustentabilidade da cerâmica vermelha. **Cerâmica**, v. 63, n. 368, p.494-507, dez. 2017.

SOARES, A. L. C. P.; BATISTA, F. G. S.; CABRAL, G. L. L. **Estudo da viabilidade técnica do agregado de argila calcinada para a pavimentação da Amazônia**. 1998. Trabalho de Conclusão de Curso - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 1998.

SOLTAN, A. M. M. et al. Lightweight aggregates from mixtures of granite wastes with clay. **Journal of Cleaner Production**, v. 117, p.139-149, mar. 2016.

SOUZA, A. E. et al. Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials. **Journal of Environmental Management**, [s.l.], v. 92, n. 10, p.2774-2780, out. 2011.

SUTTON, W. Microwave processing of ceramic materials. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 68, n. 2, p. 376-386, 1989

TAURINO, R. et al. New ceramic materials from MSWI bottom ash obtained by an innovative microwave-assisted sintering process. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 37, n. 1, p.323-331, 2017.

TEIXEIRA, S. R. et al. Sugarcane Bagasse Ash as a Potential Quartz Replacement in Red Ceramic. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 91, n. 6, p.1883-1887, jun. 2008.

THOMAZINI, D. et al. Alumina ceramics obtained by chemical synthesis using conventional and microwave sintering. **Cerâmica**, São Paulo, v. 57, p. 45-49, 2011.

THOSTENSON, E.t.; CHOU, T.-w.. Microwave processing: fundamentals and applications. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s.l.], v. 30, n. 9, p.1055-1071, set. 1999.

THRIDANDAPANI, R. R. et al. Microwave sintering of 8 mol% yttria–zirconia (8YZ): An inert matrix material for nuclear fuel applications. **Journal of Nuclear Materials**, v. 384, n. 2, p.153-157, fev. 2009.

TORRES, P. et al. Incorporation of wastes from granite rock cutting and polishing industries to produce roof tiles. **Journal of The European Ceramic Society**, [s.l.], v. 29, n. 1, p.23-30, jan. 2009.

UNIÃO DA AGROINDÚSTRIA CANAVIEIRA DE SÃO PAULO – ÚNICA. **Mapa da Produção**. Disponível em: <<http://www.unica.com.br>>. Acesso em: 15 nov. 2017a.

UNIÃO DA INDÚSTRIA DE CANA DE ÀÇUCAR - ÚNICA. **Bioeletricidade**. São Paulo. Disponível em: <<http://www.unica.com.br/faq/>>. Acesso em: 01 jul. 2017.b.

UNIÃO DA INDÚSTRIA DE CANA DE ÀÇUCAR - ÚNICA. **Moagem de cana-de-açúcar e produção de açúcar e etanol - safra 2017/2018**. 2019. Disponível em: <<http://www.unicadata.com.br/historico-de-producao-moagem.php?idMn=32&tipoHistorico=4>>. Acesso em: 25 jan. 2019.

VENKATESH, M. S.; RAGHAVAN, G. S. V. An Overview of Microwave Processing and Dielectric Properties of Agri-food Materials. **Biosystems Engineering**, v. 88, n. 1, p.1-18, maio 2004.

VIRUTHAGIRI, G.; PRIYA, S. S.; SHANMUGAM, N. Reuse of Sugarcane Bagasse Ash (SCBA) for Clay Brick Production. **Indian Journal of Applied Research**, v. 4, n. 8, p.1-5, 1 ago. 2014.

VIRUTHAGIRI, G. et al. Spectroscopic investigation on the production of clay bricks with SCBA waste. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 149, p.468-475, out. 2015.

WANG, J. et al. Evidence for the microwave effect during hybrid sintering. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 6, p.1977-1984, jun. 2006.

WEI, Y.; KO, G. Recycling steel wastewater sludges as raw materials for preparing lightweight aggregates. **Journal of Cleaner Production**, v. 165, p.905-916, nov. 2017.

WENDER, A. A.; BALDO, B. B. O potencial da utilização de um resíduo argiloso na fabricação de revestimento cerâmico – Parte II. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 3, n. 1-2, p. 34-36, 1998.

WU, X.; LIU, B.; XU, B. Theoretical evaluation of high frequency microwave ablation applied in cancer therapy. **Applied Thermal Engineering**, v. 107, p.501-507, ago. 2016.

XIE, Z. et al. Microwave processing and properties of ceramics with different dielectric loss. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 19, n. 3, p.381-387, mar. 1999.

YANIK, D. K. Alternative to traditional olive pomace oil extraction systems: Microwave-assisted solvent extraction of oil from wet olive pomace. **Lwt - Food Science and Technology**, v. 77, p.45-51, abr. 2017.

ZHANG, B.; POON, C.S. Use of Furnace Bottom Ash for Producing Lightweight Aggregate Concrete with Thermal Insulation Properties. **Journal of Cleaner Production**, v. 99, p. 94–100, 2015.