

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e
de Minas**

Heron Viterbre Debique Sousa

Avaliação do reaproveitamento de membranas cerâmicas de alta pureza produzidas a
partir de α - Al_2O_3 para incorporação em cerâmica vermelha

.

Belo Horizonte

2023

Heron Viterbre Debique Sousa

**AVALIAÇÃO DO REAPROVEITAMENTO DE MEMBRANAS
CERÂMICAS DE ALTA PUREZA PRODUZIDAS A PARTIR DE α - Al_2O_3
PARA INCORPORAÇÃO EM CERÂMICA VERMELHA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Ciência e Engenharia de
Materiais

Orientador: Wander Luiz Vasconcelos, Ph.D.

Coorientador: Denilson José do Carmo, Dr.

Coorientadora: Débora Guimarães da Silva, Dra.

Belo Horizonte

2023

Sousa, Heron Viterbre Debique.

S725a

Avaliação do reaproveitamento de membranas cerâmicas de alta pureza produzidas a partir de α - Al_2O_3 para incorporação em cerâmica vermelha [recurso eletrônico] / Heron Viterbre Debique Sousa. – 2023.

1 recurso online (76 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Wander Luiz Vasconcelos.

Coorientadores: Denilson José do Carmo, Débora Guimarães da Silva.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 71-76.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Materiais - Teses. 2. Ciência dos materiais - Teses. 3. Alumina - Teses. 4. Sustentabilidade - Teses. 5. Cerâmica - Teses. 6. Resíduos - Teses. I. Vasconcelos, Wander Luiz. II. Carmo, Denilson José do. III. Silva, Débora Guimarães da. IV. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. V. Título.

CDU: 620(043)

Ficha catalográfica elaborada pela bibliotecária Ângela Cristina Silva CRB/6 2361

Biblioteca Prof. Mário Werneck, Escola de Engenharia da UFMG



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas



A dissertação intitulada "**Avaliação do Reaproveitamento de Membranas Cerâmicas de Alta Pureza Produzidas a partir de α - Al_2O_3 para Incorporação em Cerâmica Vermelha**", área de concentração: Ciência e Engenharia de Materiais, apresentada pelo candidato **Heron Viterbre Debique Sousa**, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, foi aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Documento assinado digitalmente



WANDER LUIZ VASCONCELOS
Data: 18/12/2023 08:51:16-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Wander Luiz Vasconcelos Orientador
(UFMG)

Documento assinado digitalmente



DEBORA GUIMARAES DA SILVA
Data: 18/12/2023 12:12:44-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Débora Guimarães da Silva
Coorientador (UFMG)

Documento assinado digitalmente



DENILSON JOSE DO CARMO
Data: 20/12/2023 11:35:06-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Denilson José do Carmo
(SENAI Itaúna CETEF)

Documento assinado digitalmente



TANIA NOGUEIRA FONSECA SOUZA
Data: 24/12/2023 08:27:56-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Tânia Nogueira Fonseca Souza
(Universidade de Itaúna)

Documento assinado digitalmente



IONA MACEDO LEONARDO
Data: 26/12/2023 17:35:32-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Ioná Macedo Leonardo Machado
(CBMM)

Documento assinado digitalmente



EDUARDO HENRIQUE MARTINS NUNES
Data: 23/01/2024 19:50:01-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 15 de dezembro de 2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a יהוה, único DEUS, o Alfa e o Ômega, o princípio e o fim, criador de todas as coisas.

Aos meus pais, Helton e Carmita, pelo amor, apoio e pelo esforço de me propiciar oportunidades que hoje vivencio.

Ao meu irmão Ícaro, por ser minha maior inspiração pessoal e profissional e sempre me apoiar em todas as caminhadas e em todos os momentos.

Ao Professor Dr. Wander Luiz Vasconcelos pela receptividade, orientação, paciência, conhecimentos transmitidos durante toda elaboração do trabalho e confiança e autonomia a mim cedidas.

À Dra. Débora Guimarães da Silva pela solicitude, orientação, ensinamentos e vasto apoio no desenvolvimento do trabalho. Agradeço especialmente pelo seu carinho e pela compreensão às minhas dificuldades. Muito obrigado!

Ao Professor Dr. Denilson José do Carmo pela amizade, conhecimentos transmitidos e por ser inspiração desta minha jornada acadêmica. Obrigado, Tião!

À Priscila pelo carinho, amizade e conselhos/ensinamentos valiosos.

Ao SENAI Itaúna CETEF por ceder oportunidade de me desenvolver e pelos recursos e equipamentos disponibilizados para desenvolvimento do trabalho.

Ao LMC pelo apoio e disponibilidades de recursos e equipamentos.

À empresa PARAPUAN pela doação da argila utilizada neste trabalho.

Aos meus amigos pelo apoio emocional e pela descontração durante os momentos difíceis desta jornada.

*"Com trabalho árduo, o talento ganha profundidade e abrangência,
aflorando-se então, habilidades que antes eram inexploradas."*

Viswanathan Anand (1969 -)

RESUMO

A indústria da cerâmica vermelha é um ramo de fundamental importância para o setor da construção civil. Sendo assim, produtos com qualidade elevada são cada vez mais exigidos, de tal maneira a desempenharem com excelência a função na qual devem exercer e também terem os requisitos mínimos requeridos pelas normas para poderem ser comercializados. Uma das formas que vem sendo utilizada para se obter produtos com melhores propriedades é a utilização de aditivos que são incorporados na argila (matéria-prima da cerâmica vermelha). Muitas vezes, esses aditivos são resíduos originados a partir de processos industriais, o que faz eles terem uma grande variedade na composição química, vide as várias etapas a qual podem ser processados. Nessa perspectiva, o trabalho teve como proposta avaliar a incorporação de resíduos de membranas cerâmicas produzidas a partir de α - Al_2O_3 de alta pureza em cerâmicas vermelhas, com o intuito de conter as variáveis que seriam causadas pela instabilidade da composição química de resíduos industriais. Os procedimentos experimentais consistiram na caracterização química e mineralógica da argila e do resíduo e caracterização físico-mecânica dos produtos produzidos a partir das matérias primas mencionadas. Foram confeccionados corpos de prova por extrusão, feitos em uma extrusora com pressão de 4 MPa, com vácuo mantido entre 380 e 400 mmHg. As variações na composição da massa cerâmica foram de 2 %, 4 % e 6 % de adição de α - Al_2O_3 em relação à quantidade de argila, sendo que foi preparada uma mistura sem a incorporação do resíduo. As massas argilosas foram sinterizadas em forno tipo cadinho e em temperaturas diferentes: 800 °C, 900 °C e 1000 °C. A caracterização das matérias-primas foi feita a partir de granulometria por peneiramento, fluorescência de raios X, difração de raios X, análises termogravimétrica. As propriedades físico-mecânicas avaliadas foram: absorção d'água, retração linear de secagem, retração linear de queima, porosidade aparente, massa específica aparente e perda ao fogo e resistência mecânica à flexão. Foi realizada análise por microscopia eletrônica de varredura nas superfícies de fratura dos corpos de prova. Os resultados mostraram que a argila caulínica com quartzo e o resíduo de alumina, ambos de granulometria grosseira, interagem bem durante a mistura e conformação. A temperatura de sinterização foi crucial, afetando a absorção de água, retração linear e propriedades mecânicas dos produtos. A adição de até 6 % de resíduo de alumina melhorou modestamente a resistência mecânica sem alterar significativamente as propriedades gerais. Este achado sugere que a utilização de resíduos de alumina é viável, oferecendo benefícios ambientais e econômicos, além de contribuir para práticas sustentáveis na indústria cerâmica.

Palavras-chave: cerâmica vermelha; incorporação de resíduos; alumina; membrana cerâmica; sustentabilidade.

ABSTRACT

The red ceramic industry is a fundamentally important sector for the construction industry. Therefore, products of high quality are increasingly demanded, in such a way that they perform excellently in their intended function and also meet the minimum standards required for commercialization. One of the methods being used to obtain products with better properties is the use of additives that are incorporated into the clay (the raw material of red ceramics). Often, these additives are residues originating from industrial processes which mean they have a wide variety in chemical composition, considering the various stages they can be processed through. In this perspective, the study aimed to evaluate the incorporation of ceramic membrane residues produced from high-purity α - Al_2O_3 in red ceramics, with the intention of containing the variables that would be caused by the instability of the chemical composition of industrial residues. The experimental procedures consisted of the chemical and mineralogical characterization of the clay and the residue, and the physical-mechanical characterization of the products produced from the mentioned raw materials. Test specimens were made by extrusion, using an extruder with a pressure of 4 MPa, with a vacuum maintained between 380 e 400 mmHg. The variations in the composition of the ceramic mass were 2 %, 4 % and 6 % addition of α - Al_2O_3 relative to the amount of clay, and a mixture was prepared without the incorporation of the residue. The clay masses were sintered in a crucible furnace at different temperatures: 800 °C, 900 °C and 1000 °C. The characterization of the raw materials was done using particle size by sieving, X-ray fluorescence, X-ray diffraction, thermal analyses. The evaluated physical-mechanical properties were: water absorption, drying linear shrinkage, firing linear shrinkage, apparent porosity, apparent specific mass, loss on ignition, and mechanical flexural strength. Scanning electron microscopy analysis was performed on the fracture surfaces of the test specimens. The results showed that kaolinitic clay with quartz and alumina residue, both of coarse granulometry, interact well during mixing and shaping. The sintering temperature was crucial, affecting water absorption, linear shrinkage, and the mechanical properties of the products. The addition of up to 6 % alumina residue modestly improved mechanical strength without significantly altering the overall properties. This finding suggests that the use of alumina waste is viable, offering environmental and economic benefits, as well as contributing to sustainable practices in the ceramic industry.

Keywords: red ceramic; waste incorporation; alumina; ceramic membrane; sustainability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	Produtos de cerâmica vermelha	17
Figura 3.2	Produção anual dos materiais cerâmicos e metálicos mais consumidos no mundo	18
Figura 3.3	DRX e FRX de uma argila com características comuns na indústria da cerâmica vermelha	21
Figura 3.4	Desenho esquemático da interação de resíduos fundentes e não fundentes na matriz da cerâmica vermelha	22
Figura 3.5	Fluxograma dos processos de fabricação dos tijolos	23
Figura 3.6	Vista em corte de uma extrusora	27
Figura 3.7	Diagrama esquemático dos principais tipos de membranas	29
Figura 3.8	Representação de alguns formatos das membranas cerâmicas	32
Figura 3.9	Célula unitária da α -Al ₂ O ₃ (as esferas cinzas representam átomos de oxigênio e as esferas pretas representam átomos de alumínio)	33
Figura 3.10	A relação das fases de alumina, ou formas, resultantes da calcinação da gibbsita, em relação à temperatura de calcinação	23
Figura 3.11	Etapas do processo Bayer para produção de alumina	25
Figura 4.1	Descrição do procedimento metodológico	26
Figura 4.2	Argila (a) e alumina (b)	27
Figura 4.3	Forno mufla (a) e sistema de circulação de ar (b)	28
Figura 4.4	Moinho de facas para laboratório	29
Figura 4.5	Moinho de impacto	29
Figura 4.6	Argila triturada	30

Figura 4.7	Alumina moída	30
Figura 4.8	Homogeneização da massa cerâmica e alumina a partir do quarteador tipo Jones	33
Figura 4.9	Máquina extrusora	35
Figura 4.10	Bocal da máquina extrusora	35
Figura 4.11	Coluna de massa extrudada	36
Figura 4.12	(a) gabarito para corte dos corpos de prova, (b) corpos de prova cortado	36
Figura 4.13	Ciclos de sinterização registrados pelo forno	38
Figura 4.14	Forno de sinterização	38
Figura 4.15	Cesto utilizado para acomodar os corpos de prova no forno	39
Figura 5.1	Morfologia dos grãos de argila	45
Figura 5.2	Morfologia dos grãos de alumina	45
Figura 5.3	Distribuição granulométrica da argila e alumina	47
Figura 5.4	Distribuição dos tamanhos das partículas da argila e alumina . . .	47
Figura 5.5	Difratograma de raios X da argila	50
Figura 5.6	Difratograma de raios X do resíduo de alumina.....	50
Figura 5.7	Transformações de fases da sílica de acordo com o aumento da temperatura (HEANEY; PREWITT; GIBBS, 1994).....	52
Figura 5.8	Análise termogravimétrica de todas as formulações (a) 0 %, (b) 2 %, (c) 4 % e (d) 6 %.....	53
Figura 5.9	Aspecto visual dos corpos de prova em todas as formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	55
Figura 5.10	Retração linear de secagem das formulações.....	56
Figura 5.11	Retração linear de queima das formulações nas temperaturas de	

800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	57
Figura 5.12 Perda ao fogo das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	58
Figura 5.13 Índice de absorção d'água das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	60
Figura 5.14 Porosidade aparente das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	61
Figura 5.15 Massa específica aparente das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	62
Figura 5.16 Resistência à flexão das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.....	64
Figura 5.17 Micrografias da superfície cerâmica sem resíduos, ampliação 1000x, sinterização 800 °C.....	65
Figura 5.18 Micrografias da superfície cerâmica sem resíduos, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.....	65
Figura 5.19 Micrografias da superfície cerâmica com 6 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 800 °C.....	66
Figura 5.20 Micrografias da superfície cerâmica com 6 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.....	67
Figura 5.21 Micrografias da superfície cerâmica com 4 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.....	67

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1	Produção mundial de tijolos	6
Tabela IV.1	Formulações das massas cerâmicas	33
Tabela V.1	Composição química em percentual de óxidos da argila e alumina	48

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

α	Alfa
MPa	Mega Pascal
mmHg	Milímetros de mercúrio
GL	Granulometria por peneiramento
FRX	Fluorescência de raios X
DRX	Difratometria de raios X AA Absorção d'água
TG	Termogravimetria
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
RLS	Retração linear de secagem
RLQ	Retração linear de queima
PA	Porosidade aparente
MEA	Massa específica aparente
PF	Perda ao fogo
RF	Resistência à flexão
MEV	Microscopia eletrônica de Varredura
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	15
1. OBJETIVO.....	18
1.1 Objetivos específicos.....	18
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
2.1 A indústria da cerâmica vermelha no Brasil.....	19
2.2 A indústria da cerâmica vermelha no mundo	20
2.3 Matérias-primas da cerâmica vermelha	21
2.3.1 Argila.....	21
2.3.2 Resíduos	24
2.3.3 Resíduos combustíveis	26
2.3.4 Resíduos fundentes.....	27
2.3.5 Resíduos que afetam as propriedades cerâmicas.....	28
2.3.6 Processo produtivo das cerâmicas vermelhas	29
2.4 Membranas cerâmicas	33
2.5 Alumina.....	35
2.6 Produção de alumina	38
3. METODOLOGIA	40
3.1 Matérias-primas.....	41
3.2 Beneficiamento das matérias-primas.....	41
3.3 Caracterização das matérias-primas	45
3.4 Morfologia e distribuição dos grãos	45
3.5 Granulometria por peneiramento.....	45
3.6 Fluorescência de raios X.....	45
3.7 Difração de raios X.....	45
3.8 Análise térmica.....	46
3.9 Preparação da massa cerâmica e corpos de prova.....	46
3.10 Conformação dos corpos de prova por extrusão	48
3.11 Secagem dos corpos de prova.....	51
3.12 Sinterização dos corpos de prova	51
3.13 Caracterização do produto	54
3.14 Retração linear de secagem	54
3.15 Retração linear de queima	55
3.16 Perda ao fogo	56
3.17 Índice de absorção d'água	57
3.18 Porosidade aparente.....	58

3.19	Massa específica aparente.....	59
3.20	Resistência à flexão	61
3.21	Microscopia eletrônica de varredura.....	62
3.22	Tratamento estatístico dos resultados	62
4.	RESULTADOS	63
4.1	Microscopia dos grãos	63
4.2	Granulometria	64
4.3	Composição química por fluorescência de raios X.....	66
4.4	Análise da difração de raios X.....	67
4.5	Análise térmica.....	71
4.6	Propriedades físicas.....	73
4.6.1	Aspecto visual	73
4.6.2	Retração linear de secagem	75
4.6.3	Retração linear de queima	76
4.6.4	Perda ao fogo	77
4.6.5	Índice de absorção d'água	79
4.6.6	Porosidade aparente.....	80
4.6.7	Massa específica aparente.....	81
5.	Propriedades mecânicas.....	82
5.1	Resistência à flexão.....	82
5.2	Microscopia eletrônica de varredura da seção fraturada	84
5.	CONCLUSÃO	88
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	90
7.	REFERÊNCIAS	91

INTRODUÇÃO

Cerâmica Vermelha é uma expressão com significado amplo, compreendendo aqueles materiais empregados na construção civil, incluindo argila expandida, tijolos, blocos, canaletas, elementos vazados, lajes, telhas e tubos cerâmicos assim como alguns para uso doméstico e afins. Nos dois casos os produtos tem coloração predominantemente avermelhada (ABCERAM, 2009).

Segundo ainda o mesmo autor, nesse segmento são relacionados os fabricantes e produtos destinados à construção civil. Estima-se a existência de mais de 6000 indústrias cerâmicas e olarias espalhadas por todo o Brasil, em sua maioria de micro, pequeno e médio portes, operando em vários níveis tecnológicos.

Hodiernamente, vêm crescendo a pesquisa e o desenvolvimento de ações que envolvam a coleta e a reciclagem dos resíduos com o foco na minimização dos impactos ao meio ambiente ocasionados pelo alto volume de resíduos sólidos gerados pelas indústrias (MORINI *et al.*, 2016).

No setor cerâmico, os estudos dedicados à reciclagem e/ou a reutilização de resíduos, também representa uma possibilidade capaz de contribuir para o uso de matérias-primas alternativas e diminuir os custos finais do setor, além de preservar o meio ambiente (CASAGRANDE *et al.*, 2008). A cerâmica vermelha atualmente é um dos setores da indústria cerâmica que vem utilizando como uma alternativa viável a incorporação de diversos resíduos como forma de reaproveitá-los, como matéria-prima em substituição de outros materiais, advindos principalmente de outros tipos de indústria, como fundição, mineração e siderurgia, por exemplo. A utilização de resíduos sólidos é considerada uma realidade cada vez mais praticada pelas empresas (SILVA, 2019).

A indústria cerâmica tem a grande vantagem de um alto volume de produção, o que possibilita o consumo de grandes quantidades de resíduos. De fato, a produção mundial de tijolos cerâmicos é superior a um trilhão de unidades (ZHANG, 2013). Vários estudos têm investigado a incorporação de resíduos industriais em cerâmicas argilosas para construção civil, como blocos estruturais e tijolos vermelhos ((FARIA *et al.*, 2019), (AL-FAKIH *et al.*, 2019), (XUAN; POON; ZHENG, 2018), (FRANÇA *et al.*, 2018), (MONTEIRO *et al.*, 2008)).

O Serviço Nacional de Aprendizagem e Centro Tecnológico de Fundição, unidade de Itaúna-MG (SENAI Itaúna CETEF), em atendimento a uma solicitação do Sindicato das Indústrias da Cerâmica para Construção e Olaria do Estado de Minas Gerais (SINDICER – MG), está com uma pesquisa em andamento em que se busque desenvolver conhecimentos tecnológicos que permitam o controle seguro para o atendimento à especificação da norma ABNT NBR 15270-1: 2017, quanto aos limites de absorção d'água em blocos para alvenaria racionalizada em parede vazada com vazados verticais. A faixa de especificação da absorção d'água é de 8 % a 21 %. A tendência no processo de produção de tijolos é a aproximação do limite máximo (21 %), pois, geralmente a diminuição do índice está atrelada à necessidade de elevação de temperaturas de sinterização que por consequência elevam os custos energéticos e maior poluição ambiental. Atualmente o rigor do controle da absorção d'água é maior para os ceramistas que produzem blocos estruturais, porém, o mercado acena para maior rigor também na produção de blocos de vedação.

No desenvolvimento do projeto, a principal alternativa cogitada para atingir os objetivos da pesquisa foi a utilização de resíduos como aditivos na massa cerâmica, advindos principalmente dos setores de fundição e de produção de ferro-ligas. Os resíduos foram escolhidos a partir de dois parâmetros principais: as propriedades físico-químicas benéficas para a massa cerâmica, condizente com os objetivos da pesquisa e pela prática da economia circular, de tal maneira a dar uma destinação econômica e sustentável para resíduos que normalmente seriam descartados no aterro.

Porém, uma das adversidades que ocorrem a partir da utilização de resíduos industriais e de outros segmentos no processo produtivo das cerâmicas vermelhas, é a alta variação na constituição destes subprodutos, dado que os mesmos podem ser advindos de um processamento com diversas etapas e muitas variáveis envolvidas. Uma estratégia para driblar esse desafio se encontra no uso de resíduos de alta pureza, haja vista que a constância da sua composição permite sua aplicação de tal forma a garantir uma maior invariabilidade do produto final.

Atualmente, membranas cerâmicas são materiais porosos produzidos predominantemente a partir de α - Al_2O_3 (alumina) com pureza acima de 99 %, sendo utilizadas para processos de separação gasosa, como a remoção de contaminantes para a purificação de gás natural(ALVES, 2021).

Durante o processo de produção de membranas, certa quantidade de resíduos é gerada, seja devido a produtos que não atendem aos padrões de controle de qualidade ou como resultado de quebras que ocorrem durante as várias etapas do processo. Além disso, outra fonte de geração de resíduos de membranas cerâmicas de alta pureza ocorre após o uso, durante o descarte.

Sendo assim, esse trabalho visou investigar a incorporação e reaproveitamento de membranas cerâmicas fabricadas a partir de α - Al_2O_3 em cerâmica vermelha, em aspectos físicos, químicos e mecânicos.

1. OBJETIVO

O objetivo geral é avaliar o efeito da incorporação de $\alpha - Al_2O_3$ de alta pureza em cerâmica vermelha, a partir do reaproveitamento de membranas cerâmicas produzidas a partir também de $\alpha - Al_2O_3$.

1.1 Objetivos específicos

Beneficiar e caracterizar a matéria-prima em relação aos parâmetros físicos (granulometria e morfologia dos grãos), químicos (composição química) e mineralógicos (estrutura cristalina);

- Avaliar corpos de prova com incorporação nas porcentagens de 2 %, 4 % e 6 % $\alpha - Al_2O_3$ em peso, em relação à massa cerâmica e também sem incorporação de resíduo;
- Determinar a influência do resíduo nas propriedades físicas e mecânicas da cerâmica vermelha;
- Avaliar os possíveis efeitos danosos causados pelos resíduos aos produtos cerâmicos;
- Avaliar a influência da temperatura de queima nas propriedades dos materiais cerâmicos produzidos em cerâmica;
- Correlacionar a microestrutura das cerâmicas queimadas com as propriedades físicas e mecânicas obtidas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão apresentados os aspectos gerais das matérias-primas utilizadas para a produção de blocos de cerâmica vermelha, bem como o detalhamento do processo produtivo dos mesmos. Serão abordados também conceitos sobre membranas cerâmicas de alta pureza e a alumina em si.

2.1 A indústria da cerâmica vermelha no Brasil

O setor de cerâmica vermelha brasileiro é uma parte significativa da indústria nacional, desempenhando um papel crucial na economia e na construção civil. Este ramo da indústria é responsável pela produção de materiais cerâmicos que são essenciais para a construção de edifícios e outras estruturas. Além de seu impacto econômico, a cerâmica vermelha é uma alternativa sustentável, uma vez que utiliza matérias-primas naturais e abundantes, como o barro. A capacidade do Brasil de produzir cerâmica de alta qualidade a preços competitivos não apenas atende à demanda interna, mas também permite que o país se destaque no mercado internacional.

O setor de cerâmica vermelha caracteriza-se pela cor vermelha de seus produtos, que são tijolos, blocos, telhas, tubos, lajes para forro, lajotas, vasos ornamentais, agregados leve de argila expandida e outros (MOTTA; ZANARDO; JÚNIOR, 2001), alguns deles podem ser vistos na figura 3.1. Macedo *et al.* (2008) destaca que a indústria cerâmica brasileira contribui com cerca de 1% do PIB nacional, sendo aproximadamente 40% desta participação representada pelo setor de cerâmica vermelha.

Figure 3.1 – Produtos de cerâmica vermelha



Fonte: Adpatado pelo Autor

A necessidade de investimento na melhoria de qualidade e produtividade é uma preocupação crescente do setor. A materialização desta tendência vem sendo realizada ainda lentamente, através de novas técnicas de gestão e, principalmente, pela introdução de plantas mais atualizadas e eficientes, observadas em algumas fábricas de blocos cerâmicos estruturais e de telhas. Esses e outros produtos da cerâmica vermelha apresentam demanda reprimida no Brasil, devido ao déficit habitacional, e está sempre prestes a um crescimento significativo (MOTTA; ZANARDO; JÚNIOR, 2001).

2.2 A indústria da cerâmica vermelha no mundo

A demanda mundial por cerâmica vermelha tem crescido consistentemente, impulsionada tanto por economias emergentes que buscam infraestrutura robusta quanto por nações desenvolvidas que valorizam a estética e a durabilidade dos produtos cerâmicos em projetos arquitetônicos. Além disso, a busca por práticas mais ecológicas na produção tem levado a inovações na indústria, com a adoção de tecnologias mais limpas e eficientes.

A indústria de tijolos no mundo em desenvolvimento é amplamente vasta, quase totalmente sem automação. Estima-se que cerca de 1, 5 bilhões de tijolos são produzidos globalmente a cada ano, destes, 1, 3 bilhões de tijolos (ou 87 %) são da Ásia (tabela III.1). Com a urbanização acelerando rapidamente a uma taxa média de 6 % ao ano, esse crescimento está impulsionando a demanda crescente por tijolos. Tijolos de argila sólida e queimada estão entre os materiais de construção mais amplamente utilizados (HZZK, 2019).

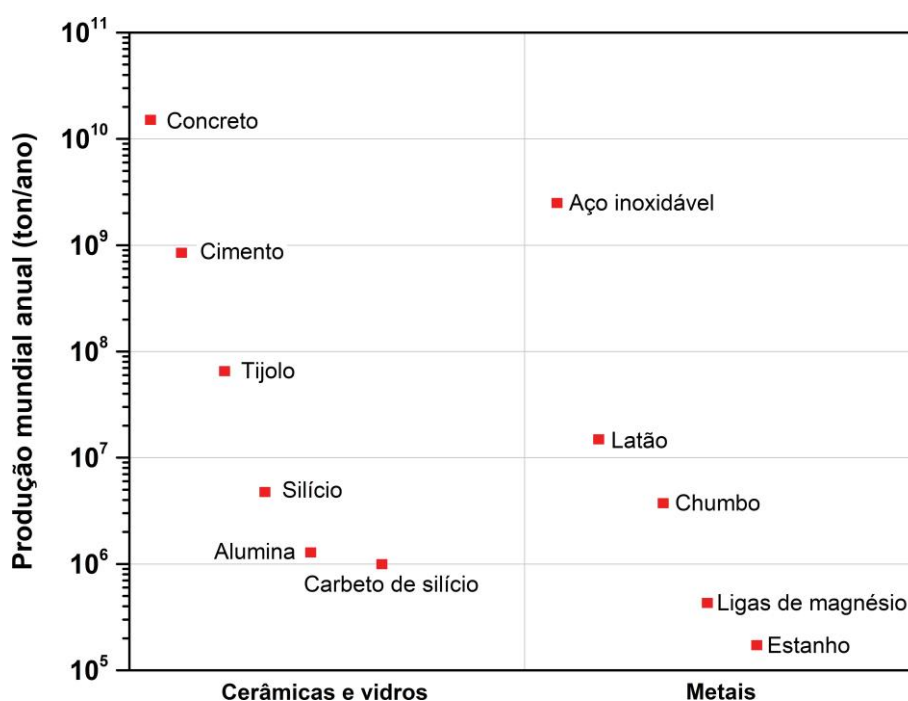
Table III.1 – Produção mundial de tijolos

País	Produção %	Bilhão por ano
China	66.67%	1,000
Índia	13.33%	200
Paquistão	3.00%	45
Vietnã	1.67%	25
Bangladesh	1.13%	17

Fonte: Adaptado de HZZK (2019)

O tijolo, sendo o terceiro material cerâmico mais produzido no mundo (figura 3.2), destaca sua importância e primazia em projetos arquitetônicos e de engenharia. A fabricação deste material envolve técnicas tradicionais que vem sendo aliadas com a modernidade, variando de acordo com a região e a demanda do mercado. Países em rápido desenvolvimento, como a Índia e a China, têm uma produção massiva de tijolos, atendendo às necessidades de seus acelerados processos de urbanização.

Figure 3.2 – Produção anual dos materiais cerâmicos e metálicos mais consumidos no mundo.



Fonte: Adaptado de Ghenai (2012).

2.3 MATÉRIAS-PRIMAS DA CERÂMICA VERMELHA

2.3.1 Argila

A cerâmica vermelha é feita basicamente de argila. O termo argila *sensu lato* é empregado para designar um material inorgânico natural, de granulometria fina, com partículas de poucos micrômetros, que apresenta comportamento plástico quando adicionada uma determinada quantidade de água. Do ponto de vista

sedimentológico e granulométrico, a fração argila corresponde ao conjunto de partículas inferiores a $2\ \mu\text{m}$ ou $4\ \mu\text{m}$, segundo as escalas de Attenberg e Wentwork, respectivamente (MOTTA *et al.*, 2004).

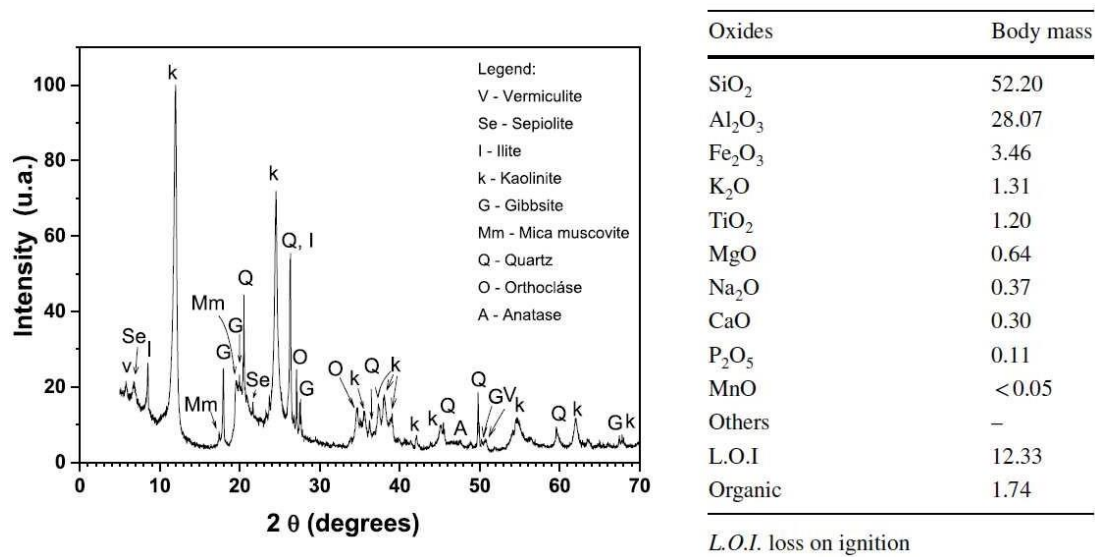
Mineralogicamente, as argilas são constituídas predominantemente de argilominerais (filossilicatos), e seus tipos mais comuns são formados de folhas tetraédricas de silício e octaédricas de alumínio, e, com menor frequência, de magnésio e/ou ferro. Além do arranjo estrutural, o espaçamento basal dessas unidades tipifica os argilominerais dos diversos agrupamentos, destacando-se os grupos da caulinita, illita e esmectita como os mais importantes do ponto de vista cerâmico. Juntamente com as partículas de argilominerais ocorrem outros minerais, geralmente nas frações granulométricas de silte e areia. Nessas granulometrias maiores que a argila, o mineral mais comum é o quartzo, seguido de micas, feldspatos e minerais opacos (MOTTA *et al.*, 2004).

Quimicamente, as argilas são compostas essencialmente de óxidos de silício, alumínio ou magnésio ou ambos, e água. Substitutos de ferro para alumínio e magnésio em graus variados, e quantidades apreciáveis de óxidos de potássio, sódio e cálcio também estão frequentemente presentes. Alguns minerais de argila podem ser expressos usando fórmulas químicas ideais como as seguintes: $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (caulinita), $4\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (pirofilita) e $4\text{SiO}_2 \cdot 3\text{MgO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ (talco). A proporção de SiO_2 em uma fórmula é o fator chave que determina os tipos de minerais de argila.

Atualmente, a técnica mais comum para se definir a composição química de uma determinada argila é por fluorescência de raios X. Conhecer a química das argilas é fundamental para se prever as propriedades do material cerâmico a ser produzido. Outra técnica importante para melhor entendimento da argila como matéria prima, é a difração de raios X, que permite identificar a estrutura cristalinas dos minerais presentes na argila, e assim, em paralelo com os resultados obtidos na fluorescência de raios X, tem-se um conhecimento amplo do insumo utilizado no processo produtivo dos materiais cerâmicos.

A figura 3.3 mostra um exemplo de argila com características mineralógicas e químicas comumente encontradas nas matérias-primas utilizadas pela indústria da cerâmica vermelha.

Figure 3.3 – DRX e FRX de uma argila com características comuns na indústria dacerâmica vermelha



Fonte: Adaptado de Nicolite *et al.* (2023)

Os constituintes das argilas, são divididos em fração argilosa e fração não-argilosa (presente em menor quantidade no solo argiloso), onde a fração argilosa é constituída pelos argilominerais ou minerais de argila e que por sua natureza possuem característica plástica, já a fração não-argilosa é constituída por minerais secundários, caracterizando aargila como não-plástica (HOWIE; ZUSSMAN; DEER, 1992).

Por plasticidade, entende-se de modo amplo a propriedade de o material úmido ficar deformado (sem romper) pela aplicação de tensão, sendo que a deformação permanece quando a tensão aplicada é retirada. A dificuldade dessa definição é a de que alguns materiais argilosos não satisfazem a todas as especificações: por exemplo, as argilas tipo *flint* (*flint-clays*) não apresentam plasticidade quando misturadas com água, emboraapresentem características típicas de uma argila (SANTOS, 1975).

Para Motta *et al.* (2004) as argilas são classificadas em dois grupos principais, com base na cor de queima (principal característica) e na mineralogia (característica secundária). Contudo, estes dois subgrupos têm vínculo com setores de aplicação industrial, a saber:

- a) argilas de queima avermelhada: matéria-prima para cerâmica vermelha e estrutural, placas cerâmicas de revestimentos (inclui principalmente os produtos da via seca e, secundariamente, pisos extrudados avermelhados e via úmida), agregado leve, vasos, potes e outras peças utilitárias e de decoração, de corpo avermelhado;
- b) argilas cauliníticas de queima clara (argilas plásticas e caulim para cerâmica branca): matérias-primas utilizadas em cerâmica sanitária, placas cerâmicas via úmida, porcelana técnica, porcelana e faiança utilitária e artística. Parte dessas argilas pode também ser utilizada na fabricação de refratários sílico-aluminosos e eventualmente mulita, mas as argilas refratárias não serão tratadas específica e detalhadamente.

Segundo Facincani (1992), as argilas comuns, para cerâmica vermelha ou estrutural, têm como principal característica a cor de queima avermelhada. Essa propriedade deve-se ao alto conteúdo de óxido de ferro total que encerram, geralmente superior a 4 %.

2.3.2 Resíduos

A cerâmica vermelha é conhecida por sua versatilidade e capacidade de aceitar a incorporação de resíduos em sua fabricação. Esta característica se deve à natureza porosa e adaptável da argila, principal matéria-prima da cerâmica vermelha. A incorporação de resíduos inorgânicos, como cinzas, vidro moído e resíduos de outras indústrias, não só contribui para a redução do impacto ambiental, minimizando o impacto do possível descarte inadequado desses materiais, como também pode melhorar as propriedades mecânicas, físicas e térmicas dos produtos produzidos.

Apesar da vastidão das argilas no mundo, tem-se que ter em mente que este é um recurso finito, tanto que já é evidente que o aumento da necessidade de argila por parte da indústria cerâmica tem provocado impactos ao meio ambiente, tais como o aumento do volume de matéria-prima das jazidas e diminuição de sua vida útil, possibilidade de alteração de paisagem e destruição de natureza da região da jazida, entre outros. Assim, é essencial que haja maneiras de diminuir o impacto ambiental, como por exemplo, a incorporação de resíduos em substituição parcial da argila (VIEIRA; FEITOSA; MONTEIRO, 2003).

Vários estudos sobre a utilização de resíduos em cerâmica vermelha vêm sendo realizados. Estes são originados de diversas vertentes, em sua maioria dos setores industriais.

Vieira e Monteiro (2009) *apud* Ferreira (2018) propuseram uma classificação sobre a incorporação de diferentes tipos de resíduos sólidos em cerâmica vermelha: resíduos combustíveis; resíduos fundentes e resíduos que afetam as propriedades cerâmicas. Sendo:

a) Resíduos combustíveis: apresentam alto poder calorífico devido à elevada concentração de matéria orgânica. Essa categoria inclui resíduos da indústria de papel, lama de alto forno e resíduos derivados da extração e refino de petróleo.

b) Resíduos fundentes: apresentam uma quantidade relativamente alta de metais alcalinos e alcalinos terrosos (K_2O e Na_2O) que em reação com a sílica e a alumina promovem a formação de fase líquida aumentando a densificação (figura 3.4). Nessa categoria os autores incluem resíduo de vidro, de serragem de rochas ornamentais e cinzas.

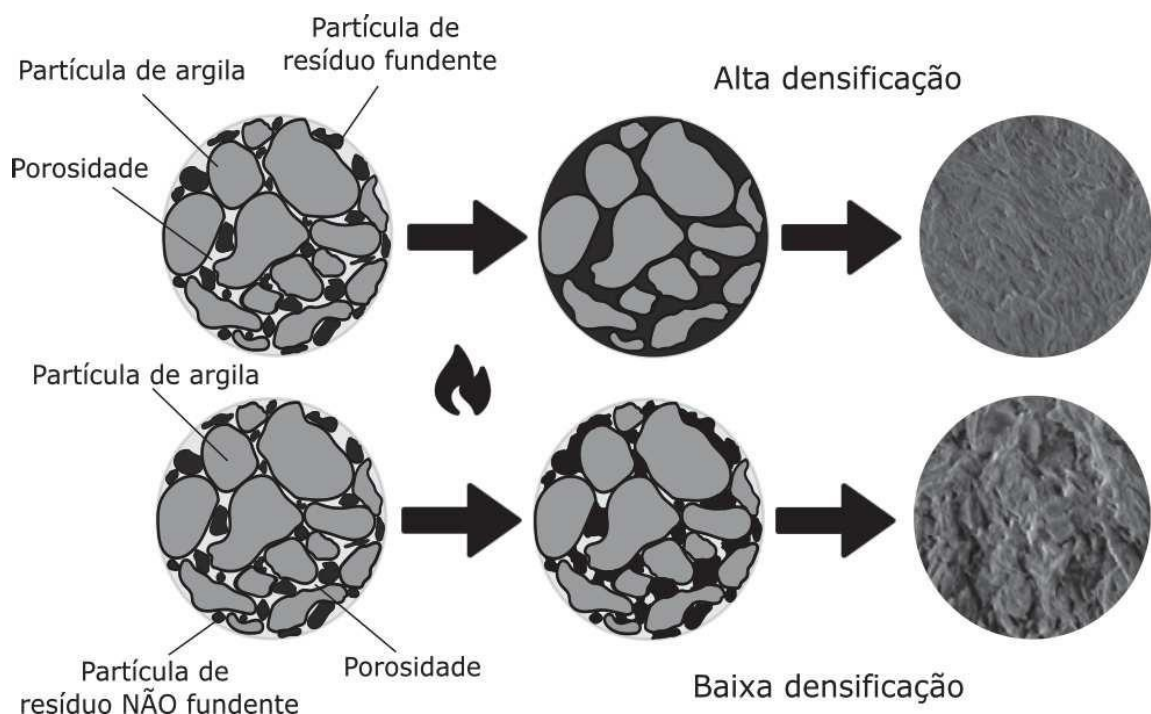


Figure 3.4 – Desenho esquemático da interação de resíduos fundentes e não fundentes na matriz da cerâmica vermelha.

c) Resíduos que afetam as propriedades cerâmicas: Aqueles que interferem na resistência mecânica, absorção de água e retração linear. Os autores classificam como resíduos que afetam as propriedades cerâmicas o chamote, resíduos de mineração, lodo de estação de tratamento de água e cinzas.

A incorporação de resíduos na fabricação de cerâmica vermelha surge como uma proposta atrativa e sustentável no cenário da construção civil e da indústria cerâmica. Diante da crescente preocupação ambiental e da necessidade de otimizar recursos, a reutilização de resíduos (que antes eram descartados) na produção de cerâmica vermelha não só contribui para a redução do impacto ambiental, mas também pode melhorar as propriedades técnicas dos produtos cerâmicos. Esse processo potencializa a economia circular, reduzindo a exploração de matérias-primas virgens e oferecendo alternativas ecossustentáveis.

De acordo com Vieira e Monteiro (2009) *apud* Costa (2018), a utilização de resíduos na produção de cerâmica vermelha representa uma abordagem ambientalmente adequada para o manejo em grande escala de resíduos sólidos. Certos resíduos podem otimizar o processo e aprimorar a qualidade do produto acabado. Os benefícios podem ser observados no processo de produção, como o aumento da plasticidade e a diminuição do uso de combustível durante a queima, resultando em economia tanto em matéria-prima quanto em combustível.

A seguir serão abordados estudos sobre incorporação de resíduos em cerâmica vermelha, demonstrando diferentes tipos de resíduos testados e seus efeitos nos materiais produzidos, de acordo com a classificação exposta anteriormente.

2.3.3 Resíduos combustíveis

Costa (2018) estudou a influência da incorporação da lama de alto forno em massa cerâmica para a produção de telhas. O autor avaliou influência da incorporação de 0 %, 5 % e 10 % em peso de lama de alto forno na massa argilosa, ambas provenientes do estado do Pará. As misturas feitas foram prensadas e sinterizadas em 750 °C, 850 °C e 950 °C. Observou-se um aumento na porosidade dos materiais incorporados com o resíduo e uma diminuição na resistência à flexão dos materiais, provavelmente ocasionados pela granulometria grosseira da matéria-

prima incorporada. concluiu-se que a composição com adição de 5 % de lama de alto forno foi a que apresentou resultados favoráveis e exigidos por normas para a fabricação de telhas.

Monteiro *et al.* (2007) verificaram produtos cerâmicos incorporados com dois tipos de resíduos de óleo inorgânico. Os materiais foram feitos a partir de extrusão com 0 %, 1 %, 3 % e 5 % de incorporação do resíduo. Foram sinterizados produtos cerâmicos a 700 °C e 900 °C. Os resultados mostraram que praticamente nenhuma mudança ocorreu nas principais propriedades tecnológicas necessárias para especificar produtos cerâmicos vermelhos porosos. Por outro lado, a trabalhabilidade do material não queimado para extrusão pode ser afetada e, em alguns casos, até mesmo melhorada pela incorporação de resíduos oleosos.

Faria *et al.* (2019) avaliaram a incorporação de resíduo de pneu inservível em cerâmica vermelha. Diferentes composições cerâmicas foram preparadas com quantidades de 0, 5 %, 1 %, 1, 5 % e 2 % em peso de do resíduo de pneu incorporado à cerâmica de argila. Espécimes prismáticos foram preparados por prensagem uniaxial e depois sinterizados a 850 °C e 950 °C. Os resultados indicam que o resíduo investigado contribui para uma economia de energia durante a sinterização cerâmica devido à sua alta quantidade de carbono. Um aumento na porosidade cerâmica acima de 1, 5 % em peso de resíduo foi responsável pelo aumento da absorção de água. A cerâmica de argila com 1 % em peso de resíduo sinterizada a 950 °C foi a condição mais adequada observada. Portanto, esses resultados mostraram uma alternativa viável ao resíduo de pneu inservível, transformando-o em um subproduto ecologicamente correto para materiais de construção civil.

2.3.4 Resíduos fundentes

Tiffo *et al.* (2015) estudaram a incorporação de resíduo de vidro para produção de cerâmica vermelha. os corpos de prova foram produzidos a partir de extrusão com composições de 0 %, 5 %, 10 % e 15 % e sinterizadas a 750 °C. Os resultados mostraram um aumento na resistência à flexão de mais de 50 % e diminuição na absorção de água dos materiais de aproximadamente 8 %, a medida em que se aumentava a incorporação do resíduo.

Vieira *et al.* (2004) avaliaram a incorporação de resíduo de granito na cerâmica vermelha. Foram produzidas misturas com 0 %, 10 % e 20 %, 30 %, e 40 % de incorporação do resíduo na massa cerâmica. Os corpos de prova foram produzidos por

extrusão e sinterizados a 970 °C. Os resultados obtidos mostram grande influência da incorporação do granito na cerâmica, de tal maneira a reduzir a porosidade do material à medida que se aumentou a porcentagem de resíduo incorporado. Foi detectada também uma redução de até 20 % de absorção de água.

2.3.5 Resíduos que afetam as propriedades cerâmicas

Oliveira e Holanda (2008) investigaram influência da adição de resíduo (lodo) de estação de tratamento de águas (ETA) nas propriedades e microestrutura de cerâmica vermelha. Foi preparada uma série de misturas argila/resíduo contendo até 0 %, 5 %, 10 %, e 15 % em peso de resíduo de ETA. Peças cerâmicas foram preparadas por prensagem uniaxial e sinterizadas entre 850 °C, 950 °C e 1050 °C. Os resultados experimentais mostraram que adição de até 15 % em peso de resíduo de ETA não causa variações significativas na generalidade das propriedades tecnológicas da massa cerâmica padrão. A microestrutura das peças de cerâmica vermelha também não foi influenciada com a incorporação do resíduo estudado.

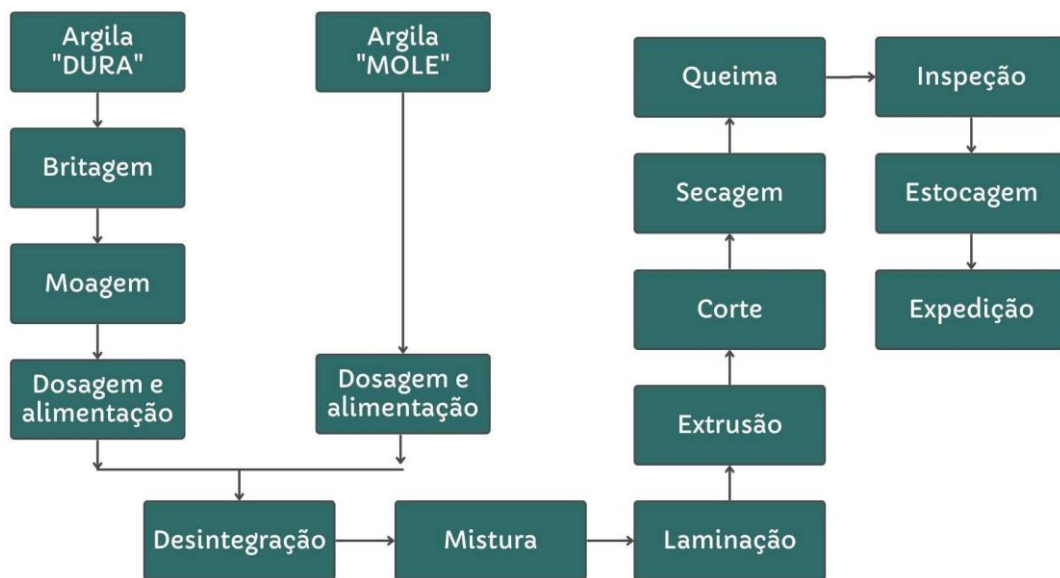
Coutinho e Vieira (2016) analisaram a incorporação de cinza de resíduo sólido urbano em cerâmica vermelha. Foram feitas misturas com incorporação de 0 %, 5 %, 10 %, e 20 %. Os corpos de prova foram preparados por prensagem uniaxial e sinterizados a 750 °C. Os resultados mostraram uma redução na absorção de água dos materiais incorporados com resíduo de cinza, porém também uma diminuição na resistência à flexão. Concluiu-se que incorporação de quantidades em torno de 5 % em massa de cinzas na argila para não prejudicar o comportamento mecânico da cerâmica, bem como evitar o aparecimento de porosidade aberta excessiva.

Girondi *et al.* (2020) verificaram a adição de resíduo de pó de cigarros em materiais de cerâmica vermelha. Foram feitas incorporações de 0 %, 2, 5 %, 5 %, 7, 5 % e 10 %. Os corpos de prova foram preparados por prensagem uniaxial e sinterizados a 900 °C. Os resultados apresentaram aumento na absorção de água com a incorporação do resíduo. Foi identificada também uma redução na resistência à compressão em misturas adicionadas do resíduo. Finalmente, concluiu-se que é viável aplicar a incorporação do resíduo em até 5 % em misturas argilosas, de tal modo a não prejudicar de maneira excessiva as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica. Assim, incorporar este material em matrizes cerâmicas é uma alternativa sustentável e amiga do ambiente em relação à disposição final do resíduo de cigarro.

2.3.6 Processo produtivo das cerâmicas vermelhas

O processo de fabricação dos tijolos de cerâmica vermelha apresenta várias etapas de processamento como: o preparo da matéria-prima e da massa, formação das peças, tratamento térmico e acabamento. Estas etapas estão ilustradas no fluxograma na figura 3.5.

Figure 3.5 – Fluxograma dos processos de fabricação dos tijolos



Fonte: Adaptado de ABCERAM (2009)

Aborda-se a seguir, separadamente, cada etapa do processo de fabricação dos tijolos de cerâmica vermelha:

a) Argilas

As argilas constituem as principais matérias-primas utilizadas no processo de fabricação de cerâmica vermelha, são uma mistura de diferentes minerais com tamanhos variados de partículas. Suas propriedades tecnológicas como granulometria, plasticidade e composição mineralógica, dentre outros fatores, determinam a qualidade das peças a serem fabricadas (MORAIS; SPOSTO, 2006). Embora se encontrem em quase toda a superfície terrestre, as propriedades das argilas variam conforme a zona onde são encontradas. Algumas podem ser utilizadas tal como são

extraídas, enquanto outras devem ser purificadas e misturadas para se tornarem moldáveis (CHRISPIM *et al.*, 2010).

b) Pré-preparo

As matérias-primas devem ser desagregadas ou moídas de acordo com a granulometria e muitas vezes purificadas. Grande parte do processo de formulação da massa é feita de forma empírica, buscando uma composição que proporcione boa fusibilidade e plasticidade, aumentando a trabalhabilidade e resistência mecânica pós-queima. Geralmente, o preparo da massa é feito através da mistura de uma argila de alta plasticidade com granulometria fina conhecida como “gorda”, e uma de baixa plasticidade, conhecida como “magra”, que é rica em quartzo e funciona como redutor da plasticidade e que permite a drenagem adequada das peças nos processos de secagem e queima, uma mistura bem preparada proporciona enormes benefícios nas etapas subsequentes do processo produtivo (MOTTA; ZANARDO; JÚNIOR, 2001).

c) Preparação da mistura

A preparação da mistura consiste nas seguintes etapas: moagem, dosagem e alimentação, controle de umidade, desintegração e laminação.

- A moagem ou a britagem é o método utilizado após a extração, com o objetivo de reduzir a granulometria e aumentar a área superficial da argila, transformando-a em pó. Para esta operação, são utilizados os moinhos e o material moído apresenta 5% do teor de umidade proveniente da água que acompanha as argilas a partir da extração.
- A etapa de dosagem consiste em abastecer o processo produtivo com as matérias primas, respeitando as devidas proporções. Isto é basicamente feito por volume de material ou por peso (com maior precisão).
- Após a moagem e a dosagem, as matérias-primas são misturadas e o teor de água é verificado. Depois ela é encaminhada ao desintegrador que irá desfazer os torrões maiores que estão contidos nas argilas. Para obter um melhor resultado, em alguns casos, há a necessidade de repetir este processo.
- A etapa de mistura é realizada por um misturador composto por facas intercaladas que giram em sentidos opostos com a finalidade de diminuir ainda

mais o tamanho dos torrões e obter a homogeneização. Em seguida acrescenta-se água à mistura (de 20% a 30%) e encaminha-se a argila para a conformação.

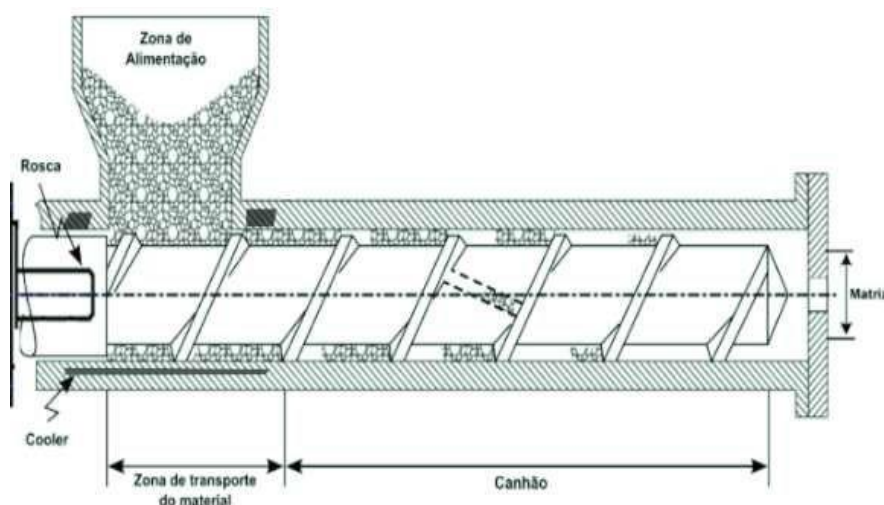
d) Conformação

A conformação é a etapa do processo que dá forma à peça. Existem pelo menos quatro métodos de conformação, que são: tornearia, colagem, extrusão e prensagem. A escolha de cada método específico vai depender das condições de trabalho das massas, do tamanho das peças, das dificuldades de fabricação, das tolerâncias especificadas, do fator econômico, etc.

De acordo com Ribeiro, Ferreira e Labrincha (2003), a extrusão é o método mais utilizado na indústria de cerâmica vermelha, por ser mais econômico, mas gera produtos de menor valor. A extrusão é uma técnica de produção associada à elevada produtividade, principalmente para produtos de seção transversal constante. A extrusão é realizada em materiais de construção tradicionais como: tijolos e telhas, refratários (tubos de proteção dos termopares), isoladores elétricos de porcelana e manilhas.

O equipamento responsável pela extrusão é a extrusora, conforme mostrado na Figura 3.6. Em seu interior há um eixo helicoidal (hélice) que gira, comprime e arrasta a massa argilosa ou plástica para dentro da cavidade. A compressão, exercida sobre a massa argilosa a conduz através das aberturas de uma matriz de formato apropriado. Devido à sua plasticidade, a massa assume a forma de um prisma cuja seção corresponde à abertura do molde.

Figure 3.6 – Vista em corte de uma extrusora



Fonte: Salviano e Costa (2018)

A plasticidade da massa intervém na qualidade do produto final. As massas devem ser extrusadas na zona de máxima plasticidade, evitando maiores problemas operacionais e desvantajosos em termos de extrusão (RIBEIRO; FERREIRA; LABRINCHA, 2003).

e) Corte

O corte é a operação que dimensiona o comprimento da peça, ou seja, proporciona a padronização a ser seguida de acordo com o modelo que está sendo processado. Os cortadores podem ser automáticos e manuais, conforme descrito por Loyola (1998):

- Os automáticos são utilizados de três maneiras como: corte vertical rápido (o fio cortante e ascendente regressa a sua posição inicial, pelo mesmo corte efetuado, ao cortar a massa desce), corte horizontal rápido (o fio volta a sua posição inicial pelo mesmo corte ou volta repetindo a operação inversa) e corte oblíquo que, acoplados à velocidade com que sai a barra de massa.
- Em relação ao cortador manual, a massa se movimenta, saindo do bocal direcionado por rolos geralmente de plásticos duros ou em madeira envolvida de feltro, para evitar a aderência da massa. Os fios que são esticados sobre um aro móvel e regulamente espaçados ao longo dos elementos de modo a dimensionar, podem cortar transversalmente o bloco de massa, passando entre os roletes.

f) Secagem

Segundo Vieira, Feitosa e Monteiro (2003), a etapa de secagem tem por objetivo eliminar a água utilizada na etapa de conformação, necessária para a obtenção de uma massa plástica. A secagem pode ser feita em galpão ou estufa, sendo a secagem em galpão mais utilizada pelas olarias. Após a secagem, o produto deve ter resistência suficiente para possibilitar a manipulação, acabamento e o transporte até a queima do corpo cerâmico (HOLANDA; SILVA, 2012). Argilas muito plásticas requerem muita água para conformação, implicando em uma retração de secagem elevada. A secagem deve ser feita de maneira lenta e controlada para que não ocorram defeitos (TUBINO; BORBA, 2006).

g) Queima

As propriedades finais do processo cerâmico são adquiridas na etapa de queima. Esta etapa é a mais importante para a fabricação, cujo objetivo é a ocorrência das reações e as transformações químicas e físicas dos componentes da massa, de maneira a conferir ao corpo cerâmico as propriedades necessárias a sua utilização (PINHEIRO; HOLANDA, 2010). A queima é considerada a etapa “mais cara” da fabricação de cerâmica devido ao elevado custo para o suprimento da fonte térmica, visto que a queima é um processo essencialmente energético. O comportamento das diferentes matérias-primas frente à ação do calor irá definir, em muitos casos, a tipologia de produto a serem fabricadas, suas características técnicas e as variáveis de queima empregadas, isto é, temperatura máxima de queima e duração do ciclo de queima (PINTO; SOUSA; HOLANDA, 2005). Este é um estágio que deve ser alcançado por aquele que pretende aumentar a qualidade e a quantidade de produtos cerâmicos que saem dos fornos e reduzir o seu custo de fabricação.

2.4 Membranas cerâmicas

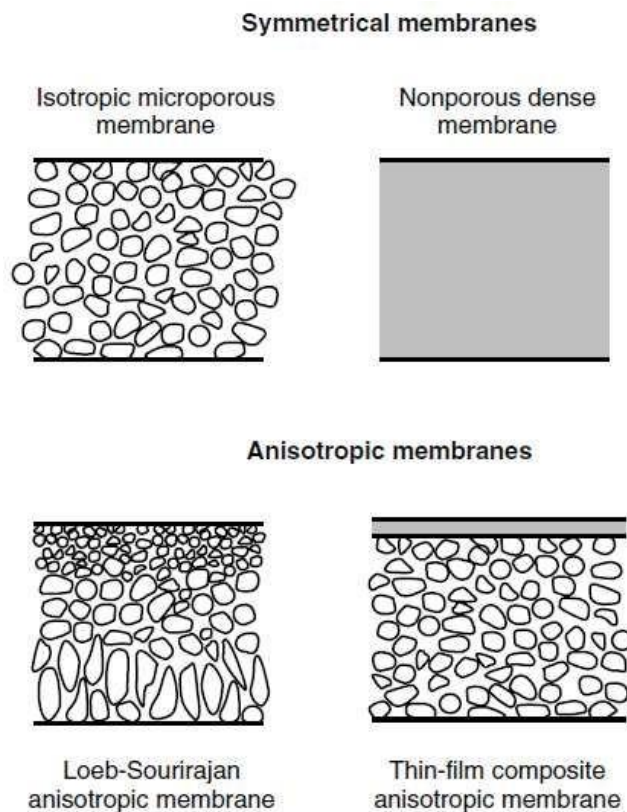
Em geral, uma membrana cerâmica pode ser descrita como uma barreira permseletiva ou uma peneira fina feita de material inorgânico. Permeabilidade e fator de separação de uma membrana cerâmica são os dois indicadores de desempenho mais importantes. Para uma membrana cerâmica porosa, essas características são tipicamente governados pela espessura, tamanho do poro e porosidade superficial da membrana, enquanto para uma membrana cerâmica densa, o princípio de permeação e separação é mais complexo (LI, 2007).

Soria (1995) relata que as membranas inorgânicas podem ser divididas primeiramente em estruturas densas e porosas, e para membranas porosas em assimétricas e simétricas. Membranas densas típicas são feitas de metais (em geral paládio, prata e suas ligas) ou eletrólitos sólidos (como zircônia). Essas membranas são permeáveis a formas atômicas ou iônicas de hidrogênio (camada de Pd) ou oxigênio (camada de ZrO_2). As membranas inorgânicas porosas são feitas de óxidos (como alumina, titânia, zircônia), carbono, vidro ou metal.

As membranas simétricas e assimétricas (figura 3.7) são definidas pela estrutura do poro. As membranas simétricas exibem um tamanho de poro homogêneo em toda a membrana (por exemplo, membrana de vidro). As membranas assimétricas apresentam uma mudança de estrutura através da membrana. Esta mudança pode ser

gradual com formato de poro cônico, as membranas são chamadas assimétricas. Mas na maioria dos casos, as membranas consistem em várias camadas com uma redução do tamanho dos poros em cada camada. A estrutura multicamada evita que o precursor da camada superior penetre no interior dos grandes poros do suporte. Em alguns casos, o topo camada pode ser uma camada densa. Essas membranas são chamadas membranas compostas (SORIA,1995).

Figure 3.7 – Diagrama esquemático dos principais tipos de membranas



Fonte: Adaptado de Baker (2004)

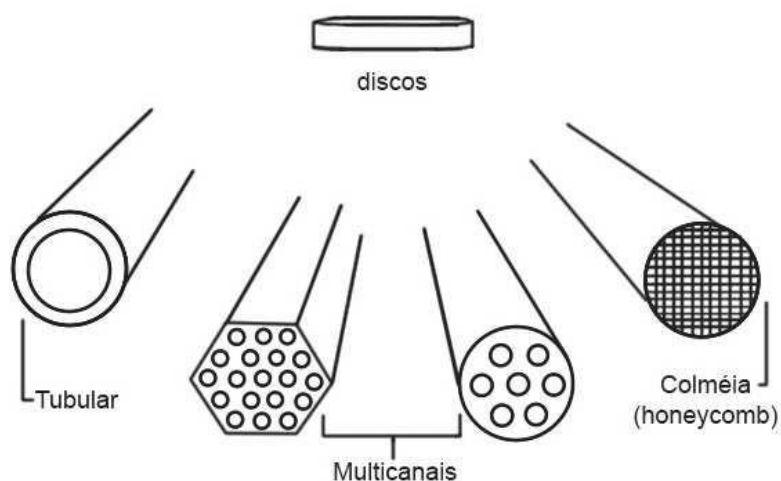
Como fontes na produção de membranas inorgânicas, materiais como óxidos de titânio, alumínio, zircônio, silício, magnésio, cromo, estanho e ligas ou metais de transição, tem sido bastante usados. O óxido de alumínio é bastante conhecido e aplicado devido à sua estabilidade química, assim como óxidos de berílio, magnésio e zircônio (SILVA, 2010)

As configurações de membranas mais usadas são discos, placas, tubos ou monólitos em múltiplos canais. O uso de discos é limitado a aplicações médicas e de laboratório, enquanto os tubos e monólitos são usados em várias aplicações industriais (RANGEL, 1997). Algumas dessas configurações podem ser vistas na figura 3.8.

De acordo com Silva (2010), a maioria das membranas usadas em processos de separação em grande escala são estruturas assimétricas, nas quais as duas propriedades básicas requeridas para qualquer membrana são altas taxas de transporte de massa para certos componentes e boa resistência mecânica. Essas membranas são constituídas por uma camada superior e um suporte poroso, que provê boa resistência mecânica e pequena resistência à permeação de substâncias.

Como sugerido por Lenza e Vasconcelos (2002), uma possível aplicação das membranas assimétricas cerâmicas é a separação de hidrocarbonetos com diferentes comprimentos de cadeia, principalmente em indústrias petroquímicas, e na separação de correntes gasosas em reatores a altas temperaturas.

Figure 3.8 – Representação de alguns formatos das membranas cerâmicas



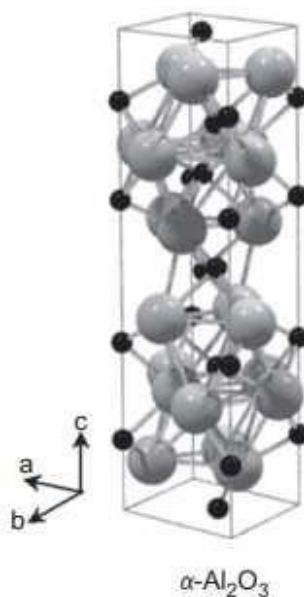
Fonte: Silva (2010)

2.5 Alumina

A alumina pura, descrita quimicamente como Al_2O_3 , possui estrutura romboédrica (figura 3.9), também é chamada de α - Al_2O_3 ou coríndon. O alumínio é um elemento

abundante na natureza, principalmente na forma de hidróxidos, que são os principais constituintes das bauxitas e lateritas. Sua dureza (9 na escala de Mohs) é a mais elevada dos minerais naturais depois do diamante (SILVA, 2010).

Figure 3.9 – Célula unitária da $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (as esferas cinzas representam átomos de oxigênio e as esferas pretas representam átomos de alumínio)



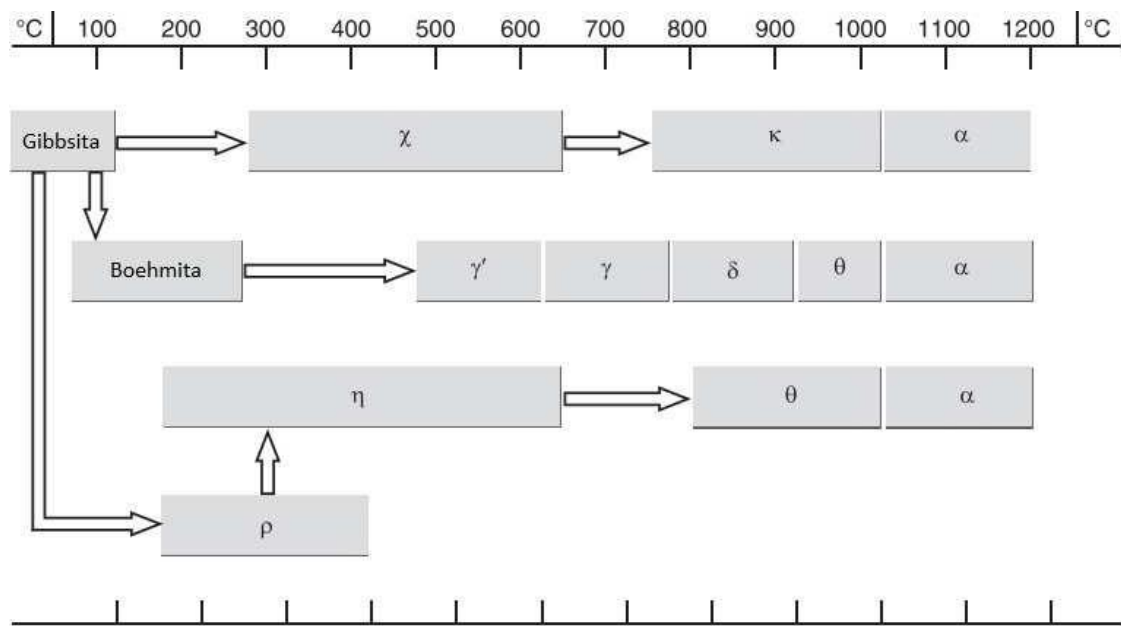
Fonte: Adaptado de Mei, Tan e Chen (2019).

Diferentes fases cristalinas da alumina estão relacionadas com as diversas propriedades e aplicações. Apesar da aparente simplicidade da fórmula Al_2O_3 , a alumina tem sua natureza consideravelmente dependente de uma série de fatores, tais como sua forma cristalina, impurezas na estrutura e microestrutura. Estudos revelam a existência de pelo menos sete fases cristalográficas para alumina calcinada livre de água: fases alfa, gama, delta, eta, teta, kappa, e chi (BLONSKI; GAROFALINI, 1993).

Comercialmente, estes são preparados em forma pura pela calcinação de gibbsita $\text{Al}(\text{OH})_3$ ou boehmita (AlOOH). A riqueza estrutural dos óxidos é destacada em uma série de aluminas de transição; aqui, transicional significa que são intermediários termodinamicamente instáveis em um caminho, como função da temperatura, para a estrutura de alumina alfa termodinamicamente estável, conforme mostrado na figura

3.10. No entanto, as aluminas de transição são importantes por si só e, de fato, dominam a produção comercial de aluminas, incluindo aluminas de grau metalúrgico usadas como matéria-prima para a produção de metal de alumínio.

Figure 3.10 – A relação das fases de alumina, ou formas, resultantes da calcinação da gibbsita, em relação à temperatura de calcinação.



Adaptado de Wefers e Misra (1987) *apud* Metson (2011)

Apesar de suas relevantes propriedades mecânicas, notadamente alta resistência que lhe confere extenso uso, a primeira aplicação prática da alumina data do início século XX como isolante para velas de ignição e equipamentos de laboratório, seguida da aplicação no campo da eletrônica e engenharia mecânica. As aplicações eletrônicas estão principalmente relacionadas com sua propriedade de manter-se com alta resistividade elétrica a temperaturas relativamente elevadas. Aplicações em micro-circuitos, que surgem com problemas de transferência de calor, necessidade de precisão de dimensões e de superfícies extremamente lisas de substratos, são exemplos da perfeita aplicabilidade de compostos de alumina em elementos tecnológicos (CASTRO, 2005). Outros setores também usufruem das suas diversas propriedades, como é o caso da construção civil, aplicações biomédicas, indústria petroquímica, indústria farmacêutica, embalagens de alimentos, matéria-prima básica do alumínio e uso para blindagem balística.

Considerada uma cerâmica avançada, suas características como elevada resistência ao calor, à corrosão, resistência mecânica, estabilidade química, dureza, resistência a abrasão e caráter predominantemente iônico em sua estrutura cristalina, fazem com que esta fase tenha maior uso, quando comparada às outras cerâmicas avançadas (NIERO, 2019). Entretanto, segundo Heimann (2010), quando comparada em propriedades como resistência a tração, flexão, choque térmico e impacto, a alumina apresenta um menor desempenho.

2.6 Produção de alumina

O principal minério de relevância para a indústria do alumínio é a bauxita, uma mistura de hidróxidos de alumínio e oxihidróxidos, acompanhada por quantidades variáveis de óxidos de ferro, silicatos e outras impurezas. Em 1821, Pierre Bertier ofereceu a primeira descrição desses depósitos de cor marrom-avermelhada encontrados perto de uma aldeia no sul da França chamada Les Baux-de-Provence, de onde o nome bauxita se origina. Tais depósitos são classificados como lateritas aluminosas com gibbsita, hidróxido de alumínio, como a fase predominante contendo alumínio. Os depósitos economicamente importantes são agora as bauxitas silicatadas tropicais, que são formadas pelo intemperismo na superfície de várias formações rochosas silicatadas, como granitos, gnaisses, basaltos, sienitos, argilas e xistos. Tais minérios bauxíticos atualmente fornecem o caminho de menor custo para a produção de óxidos de alumínio de alta pureza. (METSON, 2011).

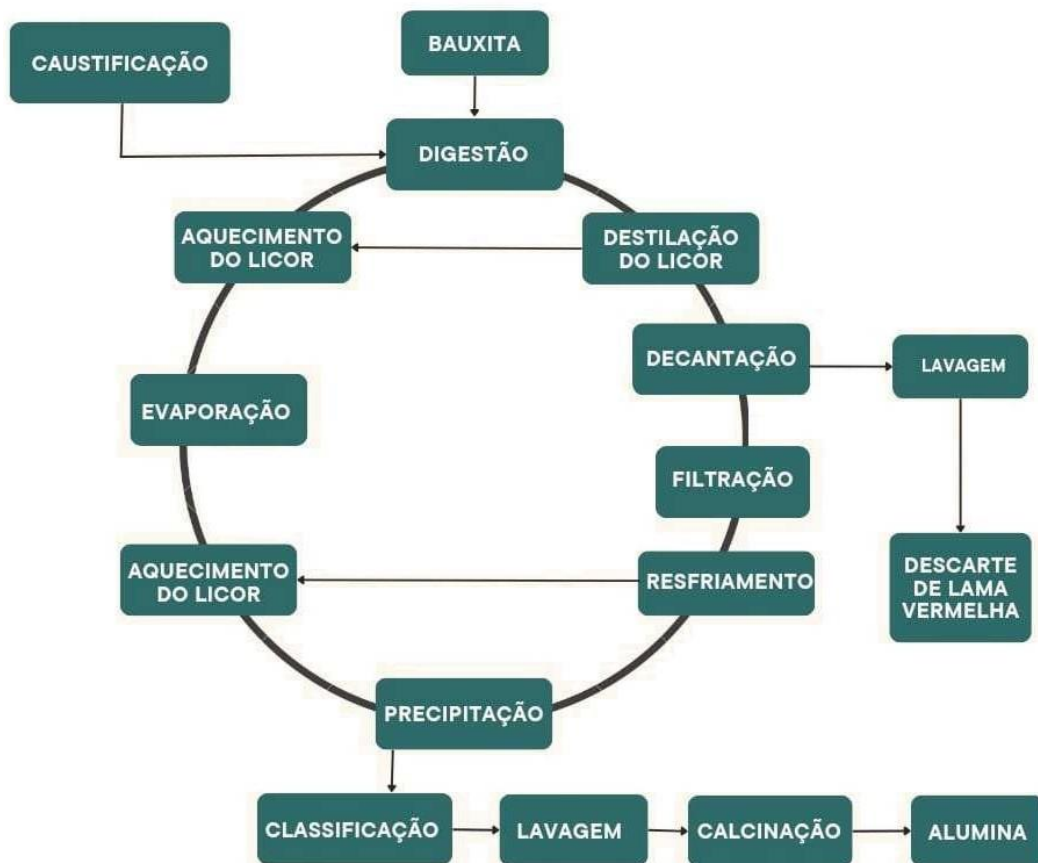
A diversidade de aplicações é bem ilustrada pelo óxido Alpha alumina, termicamente estável em alta temperatura. Em sua forma impura, é amplamente usado como coríndon em abrasivos industriais. O restante da produção de alumina alfa é usado principalmente em cerâmicas, refratários e abrasivos. As excelentes propriedades dielétricas de filmes finos do óxido levam a aplicações em capacitores e outros dispositivos eletrônicos. O crescimento anódico desses filmes, tanto para proteção superficial quanto aplicações decorativas, é uma tecnologia madura (METSON, 2011).

A produção de aluminas é dominada por variações no processo patenteado por Karl Josef Bayer. Minérios do tipo laterita são dissolvidos em soda cáustica quente, enquanto óxidos de ferro e sílica são insolúveis nesta faixa de pH e são separados como um resíduo de lama vermelha. Gibbsita é precipitada do licor de aluminato de sódio

decantado e clarificado. A maior parte do produto de gibsita filtrado da precipitação é então calcinada para produzir uma variedade de fases de alumina. A esmagadora proporção desta alumina industrial é então transportada para fundições para a produção eletrolítica do metal alumínio. Há também um mercado significativo para a própria gibsita, industrialmente conhecido como trihidrato (METSON, 2011).

Um fluxograma contendo um resumo do processo de produção da alumina pode ser vista na figura 3.11.

Figure 3.11 – Etapas do processo Bayer para produção de alumina

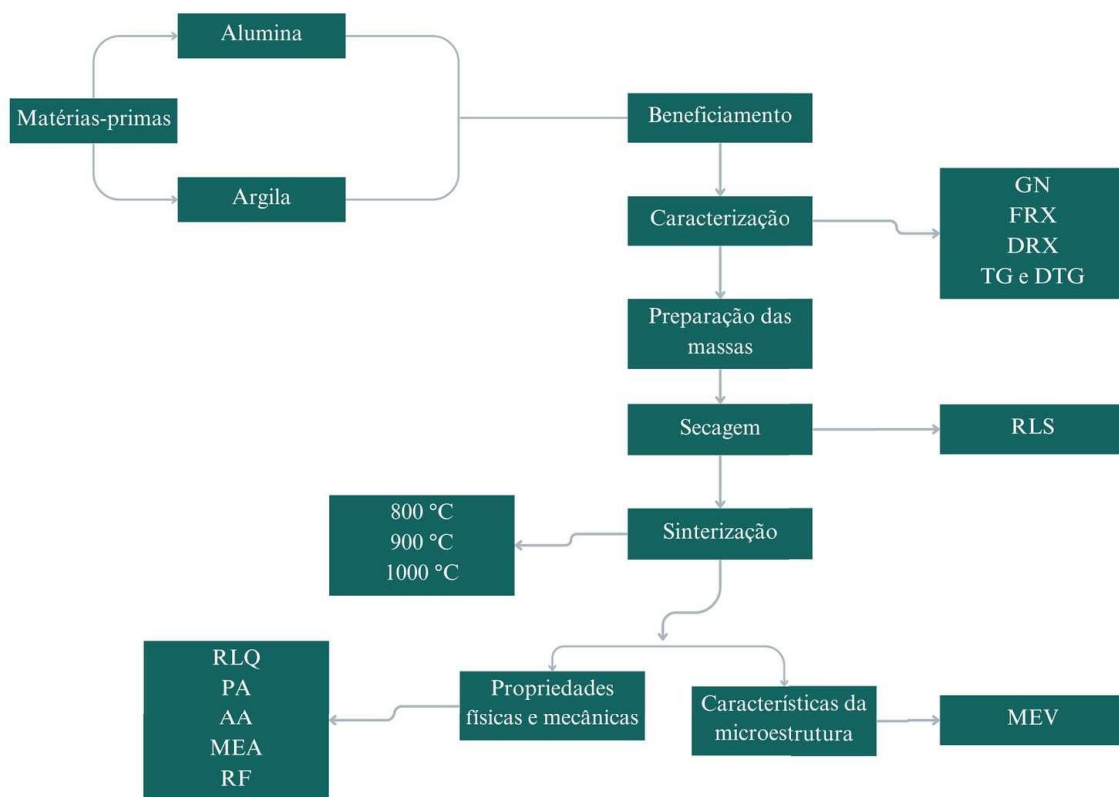


Fonte: Adaptado pelo autor

3. METODOLOGIA

A figura 4.1 mostra o fluxograma que descreve de forma resumida o procedimento experimental que será realizado no trabalho.

Figure 4.1 – Descrição do procedimento metodológico



Fonte: Adaptado pelo autor

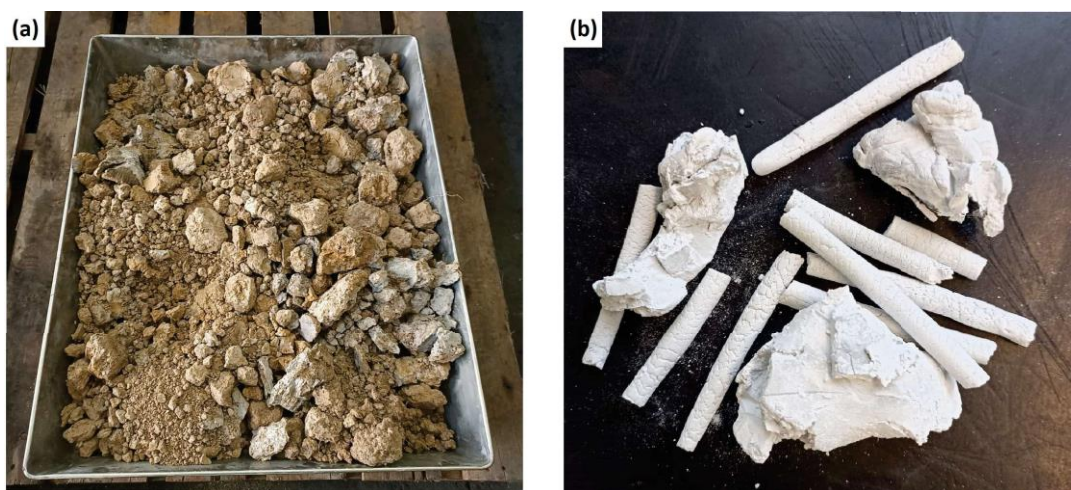
Todas as etapas de caracterização foram realizadas nas duas matérias-primas: argila e resíduo de alumina.

Os testes de propriedades físicas e mecânicas e os testes para caracterização da microestruturas foram realizados em todas as formulações sinterizadas nas três temperaturas que foram propostas.

3.1 Matérias-primas

Neste trabalho, foram utilizadas argila amarela e resíduos de alumina como matérias-primas. A argila (figura 4.2a), fornecida pela Cerâmica Parapuan, de Pará de Minas/MG, foi originalmente extraída de jazidas situadas em Maravilhas/MG. Já os resíduos de alumina (figura 4.2b) provêm do processo de produção de suportes cerâmicos, oriundos do processo de extrusão, realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LMC) da UFMG. Ambas as matérias-primas foram encaminhadas ao SENAI Itaúna CETEF e à UFMG para análises e condução de experimentos.

Figure 4.2 – Argila (a) e alumina (b)



3.2 Beneficiamento das matérias-primas

Inicialmente, ambos os materiais foram submetidos à secagem em um forno mufla (marca Prática Tecnicook, modelo E250) a 110°C por 24 h. Esse procedimento visou remover a umidade de maneira lenta e gradual, até alcançar um teor de umidade residual entre 0,8 % e 1,5 %. A argila e o resíduo foram acondicionados em bandejas de aço inoxidável e introduzidos no forno mufla, como ilustrado na figura 4.3. O forno utilizado conta com sistema de circulação de ar conforme visualizado na figura 4.3 (b), seu objetivo é uniformizar a temperatura dentro do equipamento.

Após a secagem, iniciou-se o processo de trituração da argila para reduzir sua granulometria. Esse processo foi realizado com o uso de um moinho de facas para laboratório, conforme ilustrado na figura 4.4. A massa cerâmica passou pelo moinho

três vezes consecutivas para obter uma melhor homogeneização. A argila moída foi então transferida para uma bandeja de aço inoxidável e levada para uma balança para pesagem. As amostras necessárias para as caracterizações da foram coletadas nesse momento.

Para a moagem do resíduo de alumina utilizou-se um moinho de impacto (figura 4.5), pois o triturador de facas poderia ser danificado dada a dureza do material. O resíduo foi em porções de aproximadamente 300 g para cada passagem no moinho e era mantido no processo de moagem por 01 *min* e posteriormente peneirado em peneira do 200 *mesh*.

As matérias-primas, argila e alumina, após o processo de beneficiamento podem ser observadas nas figuras 4.6 e 4.7, respectivamente. Todo esse procedimento foi realizado no SENAI Itaúna CETEF.

Figure 4.3 – Forno mufla (a) e sistema de circulação de ar (b)



Figure 4.4 – Moinho de facas para laboratório



Figure 4.5 – Moinho de impacto



Figure 4.6 – Argila triturada



Figure 4.7 – Alumina moída



3.3 Caracterização das matérias-primas

As matérias-primas passaram por testes de caracterização química, mineralógica e física, utilizando técnicas como fluorescência de raio-X, difração de raio-X e granulometria por peneiramento.

3.4 Morfologia e distribuição dos grãos

Utilizou-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o objetivo de analisar a morfologia e distribuição dos grãos da matéria-prima, a argila, bem como do resíduo de alumina incorporado a ela. As amostras analisadas foram metalizadas com ouro. A marca e modelo do equipamento são JEOL e JSM-6510LV, respectivamente. Essa etapa foi realizada no laboratório de microscopia SENAI Itaúna CETEF.

3.5 Granulometria por peneiramento

A distribuição granulométrica das matérias-primas foi determinada de acordo com o ensaio de peneiramento disposto pela ABNT NBR 7181. Os testes foram feitos no laboratório de areias SENAI Itaúna CETEF.

3.6 Fluorescência de raios X

Para a execução desse ensaio, foram utilizadas as matérias-primas logo após o processo de moagem e trituração. A composição química foi estabelecida utilizando um espectrômetro de fluorescência de raio-X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF), marca SHIMADZU, modelo XRF-1800. Este procedimento foi executado no SENAI Itaúna CETEF, com os resultados sendo apresentados como percentuais de óxidos.

3.7 Difração de raios X

Neste estudo, foram coletadas amostras de argila e alumina trituradas. As mesmas passaram por mais um processo de moagem em pistilo para uma maior redução da granulometria para obtenção de resultados mais precisos. A técnica de difração de raios X (DRX) foi empregada para a análise da estrutura cristalina das matérias-primas, sendo utilizado um difratômetro PHILIPS-PANALYTICAL PW 1710 com radiação $CuK\alpha$ e operação em 35 kV e 50 mA. Os difratogramas foram obtidos nas faixas de $10^\circ - 90^\circ$ (2θ) com passo de $0,06^\circ$. Este procedimento foi realizado no laboratório de difratometria da UFMG.

A análise das fases foi realizada através do cotejamento entre as intensidades dos picos de Bragg e os arquivos de referência do Mineralogy Database e pelo método de Rietveld através do software Match! 3.

3.8 Análise térmica

A verificação das propriedades térmicas das matérias-primas foi feita a partir da análise termogravimetria e análise térmica diferencial.

Estas análises apresentam a mudança de energia térmica dos minerais e a variação da massa em função da temperatura, o que é fundamental para compreender os efeitos da etapa de queima e como isso impacta nas propriedades do produto final.

Para a realização das análises térmicas das argilas e de alumina utilizou-se o analisador térmico simultâneo marca PerkimElmer, modelo Simultaneous Thermal Analyzer 6000, com taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, utilizando cadinho de alumina, e fluxo de ar sintético de $50\text{ ml}/\text{min}$, com faixa de temperatura de $25 - 990\text{ }^{\circ}\text{C}$. As análises foram realizadas no LMC.

3.9 Preparação da massa cerâmica e corpos de prova

A preparação das massas cerâmicas ocorreu com a incorporação do pó de alumina na argila em três diferentes formulações: 2 %, 4 % e 6 % em relação ao peso da argila. Foi realizada também uma massa sem a incorporação da alumina: mistura de referência (tabela IV.1). O pó de alumina foi adicionado à argila triturada, e a homogeneização ocorreu com auxílio de um quarteador tipo Jones (figura 4.8).

Figure 4.8 – Homogeneização da massa cerâmica e alumina a partir do quarteador tipo Jones



Table IV.1 – Formulações das massas cerâmicas

Mistura	Argila%	Alumina%
F0	100	0
F1	98	2
F2	96	4
F3	94	6

Fonte: Adaptado pelo autor

Cada mistura seca (previamente à adição de água) foi produzida com 10 *kg* no total, com seus respectivos teores argila e alumina, de acordo com as formulações estabelecidas. Essa quantidade foi suficiente para a produção de aproximadamente 50

corpos de prova, que foram testados em três diferentes temperaturas de queima, como foi descrito no item 4.4.3. A porcentagem de água adicionada foi de 30 % em relação ao peso total da mistura.

A mistura já umedecida foi homogeneizada manualmente, até a completa incorporação da água na mesma. Em seguida, essa massa foi armazenada em recipientes plásticos fechados e deixada em repouso durante 24 *h* para uma distribuição uniforme da umidade entre as partículas da massa cerâmica (ZACCARON *et al.*, 2020).

Todas as etapas do item 4.4 foram realizadas no SENAI Itaúna CETEF.

3.10 Conformação dos corpos de prova por extrusão

Após o período de 24 *h*, as massas úmidas foram trabalhadas por conformação para a obtenção de corpos de prova. A conformação foi realizada por uma extrusora (maromba) da marca Verdés, modelo 051 (figura 4.9), que possui um sistema de vácuo acoplado para retirar o ar presente na massa argilosa. O vácuo foi mantido entre 380 e 400 mmHg, conforme sugestão do fabricante da extrusora e de ceramistas da região, com o objetivo de alcançar uma melhor densificação do material.

Nesta etapa, a massa cerâmica foi compactada e forçada por um pistão ou eixo helicoidal, exercendo uma pressão de cerca de 4 MPa, através de um bocal (figura 4.10) com formato retangular, por um total de três vezes. Posteriormente, o vácuo foi acionado e a massa cerâmica processada por mais duas vezes. Como resultado, obteve-se uma coluna extrudada, com seção transversal e com o formato e as dimensões desejadas (figura 4.11). Em seguida, essa coluna foi cortada (dimensionando o tamanho da peça), resultando em peças de formato regular nas medidas de 120x30x20 *mm*, como demonstrado na figura 4.12.

Figure 4.9 – Máquina extrusora



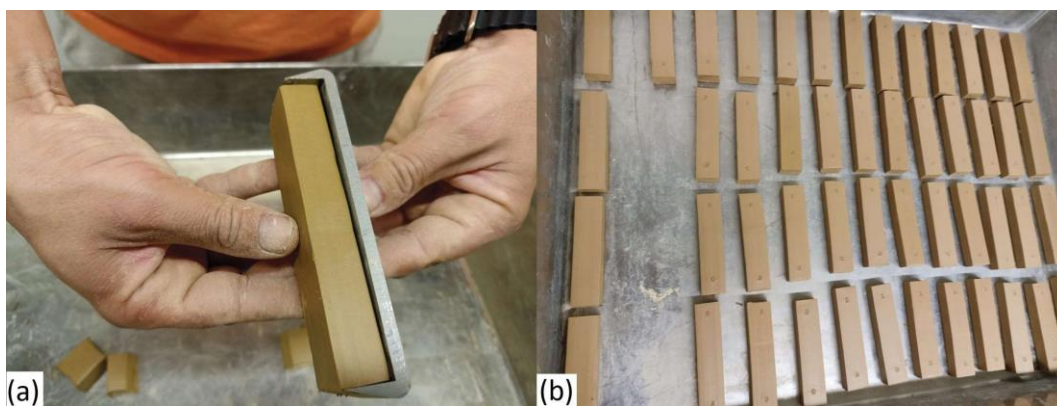
Figure 4.10 – Bocal da máquina extrusor



Figure 4.11 – Coluna de massa extrudada



Figure 4.12 – (a) gabarito para corte dos corpos de prova, (b) corpos de prova cortado



3.11 Secagem dos corpos de prova

Depois da obtenção dos corpos de prova extrudados, a etapa subsequente foi a de secagem. Esta se deu através da evaporação da água, mediante à ação de um fluxo de calor, efetuado por meio de uma corrente de ar com temperatura de $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ por um período de 24 h, como proposto por Costa (2018). Este procedimento possibilitou o controle da temperatura ao longo do aquecimento e/ou resfriamento dos corpos de prova, ocasionando uma diminuição de perdas e consequentemente um controle mais efetivo sobre o processo, o que resultou em melhora na qualidade do produto. O procedimento de secagem dos corpos de prova seguiu o mesmo padrão que a secagem das argilas no preparo para a moagem, tal como descrito no item 4.1. Após a secagem, as amostras foram medidas para verificar a retração linear, um processo que foi detalhado no item 4.5.1.

3.12 Sinterização dos corpos de prova

Após a secagem, os corpos de prova foram encaminhados para o processo de sinterização. Cada mistura foi sinterizada em três temperaturas diferentes: $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. A taxa de aquecimento utilizada foi de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ em cada queima, e o patamar de temperatura máxima foi mantido por 3 h. O resfriamento ocorreu naturalmente, com os corpos de prova dentro do forno desligado, até atingir a temperatura ambiente. A taxa de resfriamento média observada foi também de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, sendo maior em temperaturas mais altas e diminuto à medida que se aproxima da temperatura ambiente. O ciclo registrado pelo forno nos três processos de sinterização pode ser observado na figura 4.13. O forno utilizado foi do tipo cadinho da marca Oriental Engineering, Japan, modelo P50 120, conforme mostrado na figura 4.14. Os corpos de prova foram colocados dentro do forno com a utilização de um

cesto metálico e placas de alumina para evitar contaminação dos corpos de prova com o metal (figura 4.15).

Figure 4.13 – Ciclos de sinterização registrados pelo forno

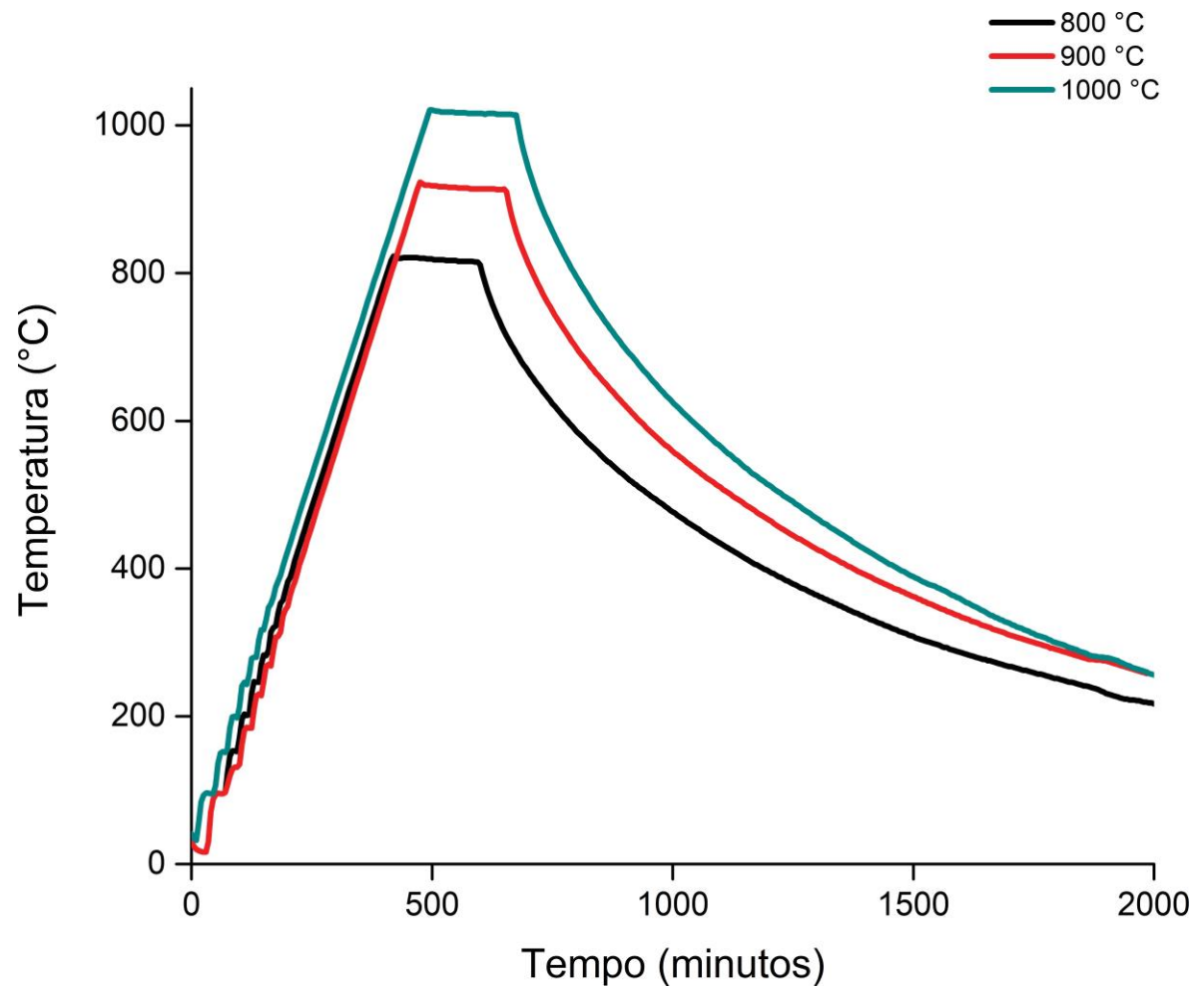


Figure 4.14 – Forno de sinterização



Figure 4.15 – Cesto utilizado para acomodar os corpos de prova no forno



3.13 Caracterização do produto

Para a avaliação das propriedades físicas e mecânicas do material cerâmico obtido, foram realizados os testes que serão demonstrados nos subitens seguintes. As medições que foram realizadas nos corpos de prova foram feitas com um paquímetro digital marca MITUTOYO modelo CD-8 CSX-B. As pesagens imersas em água foram realizadas com uma balança semi-analítica marca GEHAKA modelo BG 4000. As demais pesagens foram feitas com uma balança analítica marca Marte - Série AY 220 SHIMADZU. Os testes de retração linear de secagem, retração linear de queima, perda ao fogo, índice de absorção d'água, porosidade aparente e massa específica aparente foram realizados no SENAI Itaúna CETEF. O teste de resistência à flexão foi realizado no LMC/UFG.

Os testes realizados neste item foram feitos para produtos das quatro formulações para todas as três temperaturas de sinterização.

3.14 Retração linear de secagem

A retração linear de secagem (RLS) foi calculada relacionando o comprimento inicial do corpo de prova antes da secagem, ainda à verde, com o comprimento do corpo de prova depois do processo de secagem. Foi utilizada a seguinte equação

$$RLS(\%) = \frac{l_0 - l_s}{l_0} \cdot 100 \quad (4.1)$$

em que:

- RLS = retração linear de secagem;
- l_0 = comprimento do corpo de prova à verde (antes da secagem);
- l_s = comprimento do corpo de prova seco (após a secagem).

3.15 Retração linear de queima

A retração linear de queima (RLQ) foi calculada na relação entre o corpo de prova após asecagem e depois da sinterização, a partir da equação:

$$RLQ(\%) = \frac{l_s - l_q}{l_s} \cdot 100 \quad (4.2)$$

em que:

- RLQ = retração linear de queima;
- l_s = comprimento do corpo de prova seco;
- l_q = comprimento do corpo de prova sinterizado (após a queima).

3.16 Perda ao fogo

O cálculo de perda ao fogo (PF) foi realizado para a verificação de quanto material volátil haverá na massa cerâmica e foi perdido na sinterização do material. Será feito a partir da equação:

$$PF (\%) = \frac{M_s - M_q}{M_s} \cdot 100 \quad (4.3)$$

em que:

- PF = perda ao fogo;
- M_s = massa do corpo de prova seco;
- M_q = massa do corpo de prova sinterizado.

3.17 Índice de absorção d'água

O cálculo do índice de absorção d'água (AA) foi realizado com a medida do peso dos corpos de prova sinterizados e após as peças ficarem submersas em água durante 24 h. Esse procedimento é especificado na ABNT NBR 15270 – 2, que especifica como faixa de resultado admitida de 9 % a 21 % de absorção. Foi calculado a partir da equação

$$AA(\%) = \frac{M_u - M_q}{M_q} \cdot 100 \quad (4.4)$$

em que:

- AA = índice de absorção d'água;
- M_u = massa do corpo de prova úmido (saturado em água por 24h);
- M_q = massa do corpo de prova sinterizado.

3.18 Porosidade aparente

Após a sinterização, há formação de muitos poros vazios ocasionados pela perda de massa. O ensaio de porosidade aparente (PA) foi realizado segundo a ABNT NBR 12766. A pesagem das amostras aconteceu em duas etapas: primeiramente os corpos de prova saturados em água foram enxugados com um pano absorvente e pesados ao ar. Em seguida, foram imersos em água e a pesagem foi feita por meio do método hidrostático. Estes foram calculados a partir da equação

$$PA(\%) = \frac{M_u - M_q}{M_u - M_i} \cdot 100 \quad (4.5)$$

em que:

- PA = porosidade aparente;
- M_u = massa do corpo de prova úmido;
- M_q = massa do corpo de prova sinterizado;
- M_i = massa do corpo de prova imerso em água.

3.19 Massa específica aparente

A massa específica aparente (MEA) é a relação entre a massa de uma amostra e a soma dos valores ocupados pelas partículas e pelos poros, de acordo com a ABNT NBR 12766. Foi calculado pela equação

$$MEA \text{ g/cm}^3 = \frac{M_q}{M_u - M_i} \quad (4.6)$$

em que:

- MEA = massa específica aparente;
- M_u = massa do corpo de prova úmido.

- M_q = massa do corpo de prova sinterizado.
- M_i = massa do corpo de prova imerso em água.

3.20 Resistência à flexão

A determinação da tensão de ruptura à flexão em três pontos dos corpos de prova seguiu a norma ASTM C674-77 (1977b), sendo realizada em uma máquina de ensaios universal marca INSTRON EMIC 2310. A aplicação da carga pelo cutelo ocorreu com uma célula de carga de 500 *N* a uma velocidade de 5 *mm/min*, e os cutelos de apoio estavam posicionados a uma distância (*L*) de 80 *mm* um do outro. A tensão foi estimada através da fórmula

$$RF (MPa) = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot d^2} \quad (4.7)$$

em que:

- *RF* = resistência à flexão;
- *F* = força de ruptura do corpo de prova;
- *L* = distância entre os apoios;
- *b* = tamanho da base da seção transversal do corpo de prova;
- *d* = altura da seção transversal do corpo de prova.

3.21 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi também realizada nas superfícies de fratura dos corpos de prova testados à flexão, para determinar as características microestruturais dos mesmos. Também foi feita a análise de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) para identificação de possíveis compostos dispersos na matriz cerâmica.

3.22 Tratamento estatístico dos resultados

Para a análise estatística foi realizada a estatística descritiva das amostras. Para isso, inicialmente se realizou o tratamento dos dados, a análise consiste em modelagem gráfica e medidas de dispersão, conforme Casella e Berger (1990), essas informações são importantes para a comparação e definição dos resultados obtidos.

4. RESULTADOS

4.1 Microscopia dos grãos

Nas figuras 5.1 e 5.2, é demonstrada a microscopia de MEV da argila e resíduo de alumina, respectivamente. Em ambos é possível observar partículas de formas e tamanhos bastante heterogêneos. Nota-se também a presença de aglomerados, principalmente na amostra de argila.

Figure 5.1 – Morfologia dos grãos de argila

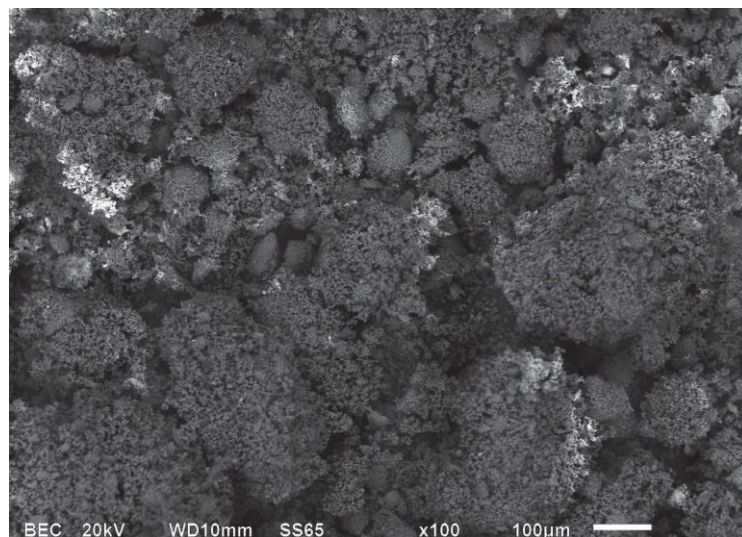
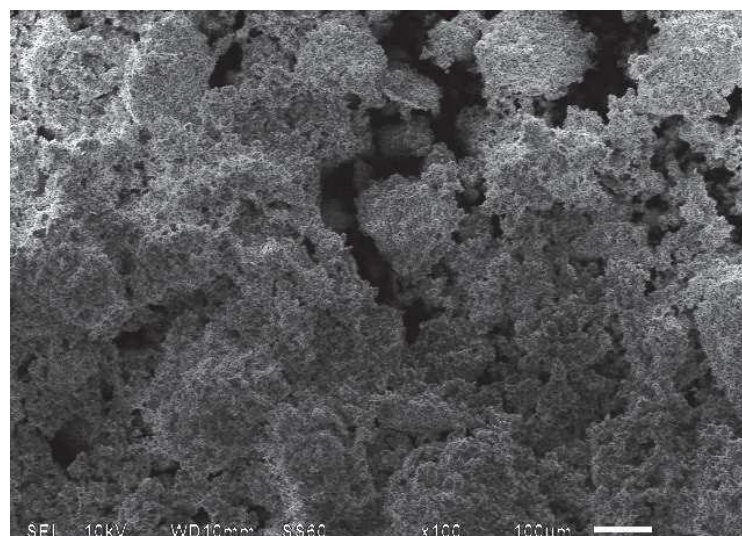


Figure 5.2 – Morfologia dos grãos de alumina



4.2 Granulometria

As figuras 5.3 e 5.4 mostram a distribuição granulométrica e diâmetro das partículas de ambas às matérias-primas.

Tomando como referência a classificação da International Society of Soil Science, que divide a granulometria dos solos em argila ($< 2 \mu m$), silte (2 a $20 \mu m$) e areia ($> 20 \mu m$), tem-se que tanto a argila quanto a cerâmica são compostas completamente por granulometria de areia. Associando ao ensaio DRX, descrito no item 5.4, a granulometria grosseira da amostra indica um alto teor de quartzo na argila analisada, o que é problemático para a etapa de queima da cerâmica devido ao risco de aparecimento de trincas causadas pela transformação alotrópica do quartzo em temperaturas da ordem de $570^\circ C$ (CARTY; SENAPATI, 1998). Alternativamente, a existência de granulometria arenosa provenientes do quartzo é essencial para otimizar a trabalhabilidade da argila e minimizar a contração de secagem e queima. Em massas cerâmicas vermelhas, o ideal é ter uma proporção de 15 % a 30 % de areia (QUEIROZ, 2009).

Para o resíduo de alumina, tem-se uma granulometria menor em comparação à argila devido ao processo de moagem mais eficaz. Na fabricação de produtos de cerâmica vermelha a granulometria menor pode influenciar o empacotamento das partículas durante a prensagem/extrusão e nas reações que ocorrem na etapa de sinterização devido à área de contato dos grãos, promovendo assim uma maior densificação do material ((MORENO; BARTOLOMEU; LIMA, 2009), (PUREZA; VICENZI; BERGMANN, 2007)). Isso ocorre pois a granulometria menor favorece uma disposição mais compacta. Essa compactação é resultado da capacidade das partículas menores de se acomodarem nos espaços vazios entre as maiores. Esse fenômeno leva a um aumento na densidade do material, pois as partículas menores preenchem eficazmente os interstícios, resultando em uma estrutura mais sólida e coesa.

Figure 5.3 – Distribuição granulométrica da argila e alumina

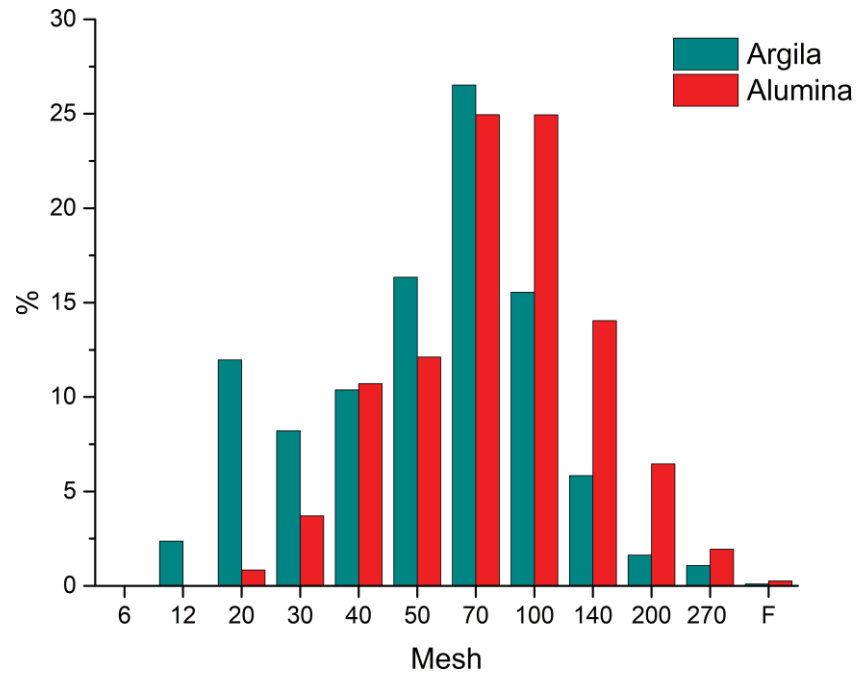
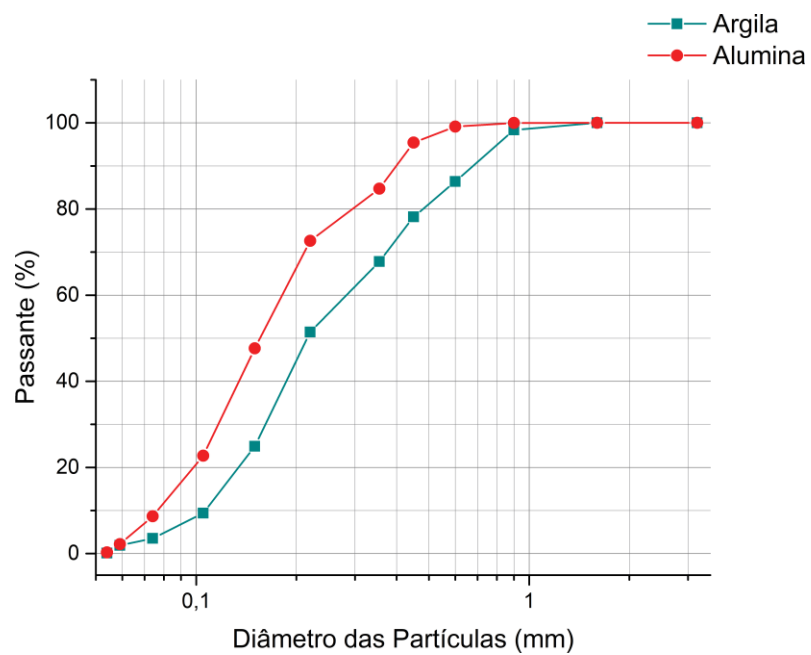


Figure 5.4 – Distribuição dos tamanhos das partículas da argila e alumina



4.3 Composição química por fluorescência de raios X

A composição química da argila e do resíduo de alumina está apresentada na tabela V.1. Nota-se a presença de altos teores de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), que indicam a presença de tectossilicatos, como o feldspato e quartzo, e aluminossilicatos, principalmente a caulinita. Isso é mais evidenciado também pela baixa presença de óxidos provenientes de elementos alcalinos e alcalinos terrosos.

A argila exibe uma proporção $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 1, 30. Uma relação mais próxima de 1, 18, que representa a caulinita teórica, sinaliza uma maior presença deste argilomineral. Portanto, a argila contém uma quantidade moderada de caulinita e alto teor de SiO_2 livre, na forma de quartzo.

A presença de óxido de ferro (Fe_2O_3) é responsável pela coloração avermelhada da cerâmica após a queima. Vários minerais como a hematita e goethita podem ser responsáveis pela presença deste óxido na argila, porém, nota-se também a existência de óxido de titânio (TiO_2), o que pode estar associado a presença de ilmenita, um mineral composto por ferro e titânio (FeTiO_3).

Para o resíduo de alumina, tem-se uma composição de elevada pureza de óxido de alumínio, contendo apenas traços percentuais de alguns outros óxidos, como a sílica.

Table V.1 – Composição química em percentual de óxidos da argila e alumina

Óxidos	Argila	Alumina
SiO_2	51,64	0,12
Al_2O_3	39,59	99,70
Fe_2O_3	4,51	0,06
CaO	0,07	0,02
TiO_2	0,74	-
Na_2O	0,08	0,09
K_2O	2,58	-
MgO	0,63	0,09
P_2O_5	0,06	-

Fonte: adaptado pelo autor

4.4 Análise da difração de raios X

A imagem 5.5 apresenta o difratograma de raios X da argila utilizada. São observados picos principalmente de caulinita e quartzo, o que condiz com a composição química analisada no item 5.3, em relação aos teores de sílica e alumina, sendo estes influenciados também por alguns picos de esmectita que também foram visualizados ($Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$). A detecção de muscovita ($KAl_2Si_3AlO_{10}(OH, F)_2$) e feldspato potássico ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) em menores quantidades, estão associadas ao potássio presente na argila, também em baixas proporções. O pico de ilmenita encontrado corresponde a parte do teor de ferro e aos vestígios que titânio detectado na análise química. A goethita indica que a argila é de queima vermelha e que parte do ferro presente está na forma de hidróxido (GUIMARÃES, 2017).

O argilomineral caulinita é uma composição comum em diversas argilas utilizadas na produção de cerâmica vermelha, contribuindo para o desenvolvimento da plasticidade da massa e da resistência mecânica das peças moldadas. Ademais, este

componente, quando submetido a temperaturas entre 450 °C a 650 °C, se transforma em metacaulinita, a qual, em temperaturas mais altas, se converte em mulita. Durante esta fase, ocorre a perda de água estrutural da caulinita, o que leva à redução do volume das partículas e consequentemente à densificação do material. No entanto, essa perda de água também pode aumentar temporariamente a porosidade, visto que os espaços anteriormente ocupados pela água ficam vazios. Além disso, essa transformação altera a estrutura cristalina do mineral, impactando a interação entre as partículas. Tais transformações implicam alterações na densificação e nas propriedades físico-mecânicas das peças (FERREIRA, 2018).

O quartzo se constitui como a principal impureza presente nas argilas, atuando como matéria-prima não plástica e inerte durante a queima. A esmectita contribui para o aumento da refratariedade das argilas e da perda de massa durante a queima. A mica moscovita é um mineral com textura lamelar que pode ocasionar o aparecimento de defeitos nas peças cerâmicas. Em tamanho de partícula reduzido, a mica moscovita pode atuar como fundente devido à presença de óxidos alcalinos (VIEIRA; PINHEIRO, 2011).

Na figura 5.6, é evidenciado no difratograma que a alumina utilizada na fabricação da massa cerâmica é composta, em sua maior parte, pela fase α - Al_2O_3 (coríndon), com alta cristalinidade.

Figure 5.5 – Difratoograma de raios X da argila

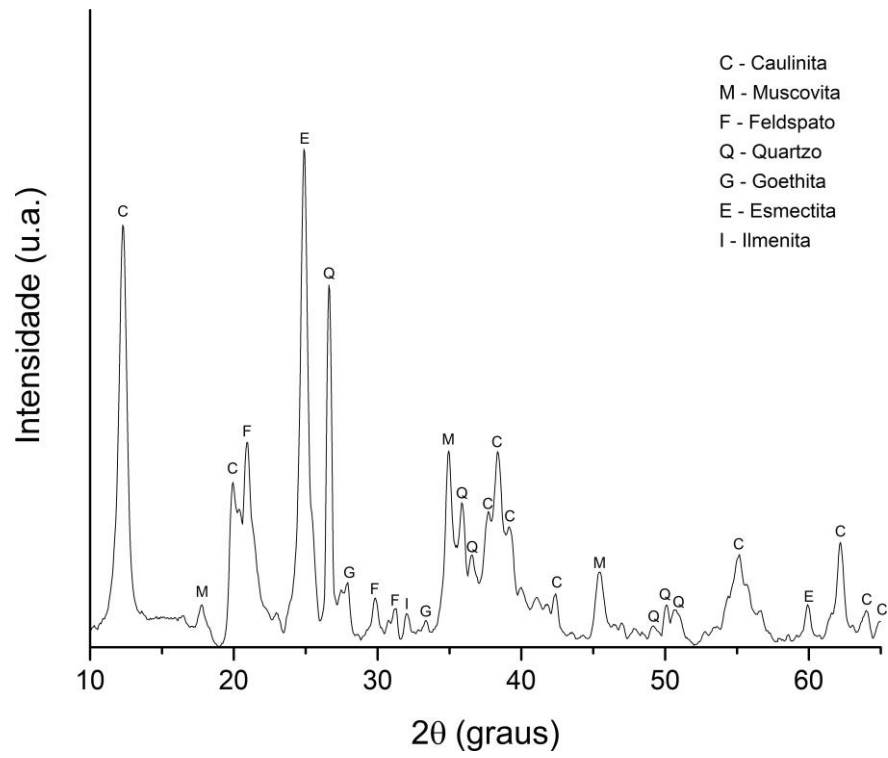
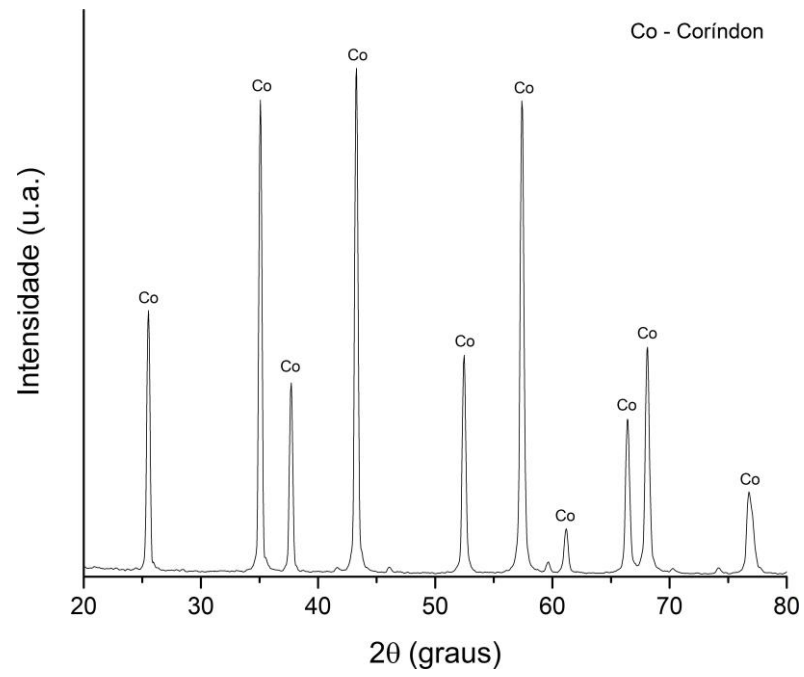


Figure 5.6 – Difratoograma de raios X do resíduo de alumina



4.5 Análise térmica

As análises termogravimétricas (TG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) apresentaram resultados bastante semelhantes para todas as formulações (figura 5.8). Percebe-se logo no início do aquecimento, pouco acima de 100 °C, uma redução de massa de aproximadamente 28 %, possivelmente causada pela perda de água da massa cerâmica. A reação pode ser observada como um pico exotérmico na curva DSC.

Pode ser observado outro pico exotérmico, entre 540 °C e 580 °C associado a uma perda de massa de aproximadamente 10 %. Isso se dá possivelmente devido à combustão e volatilização da matéria orgânica contida na argila. Esse valor é similar à perda ao fogo descrita no item 5.6.4, que já levou em consideração a massa destituída de água.

É interessante destacar que nessa faixa de temperatura, ocorre a transformação de fase da sílica, α -quartzo (2,65 g/cm³) para β -quartzo (2,53 g/cm³), que em teoria ocorre em 573 °C, conforme já observado por Heaney, Prewitt e Gibbs (1994).

A expansão súbita durante a transformação de α -quartzo para β -quartzo pode causar a formação de fissuras e defeitos na cerâmica, especialmente se o aquecimento ou resfriamento for rápido e a distribuição do quartzo na matriz cerâmica for heterogênea. Um controle cuidadoso da temperatura durante a queima pode ajudar a minimizar o impacto da transformação de fase. Isso inclui o aquecimento e resfriamento lentos e controlados para evitar choques térmicos.

Com o aumento adicional da temperatura, a sílica transforma-se em tridimita hexagonal (β -tridimita) a 870 °C e, posteriormente, em cristobalita cúbica (β -cristobalita) a 1470 °C. A β -cristobalita finalmente se funde a 1705 °C (figura 5.7).

No entanto, a tridimita geralmente não se forma a partir de β -quartzo puro; é preciso adicionar pequenas quantidades de um agente mineralizador, como o Na₂WO₄ (HEANEY; PREWITT; GIBBS, 1994). Portanto, a transição de β -quartzo para β -tridimita é geralmente ignorada. Por esse motivo, eventualmente, não se observou nenhuma reação após da transformação do α -quartzo para β -quartzo.

Essa mudança de densidade pode levar a variações no volume do material, o que é particularmente relevante para a indústria cerâmica, onde a precisão dimensional e a estabilidade estrutural são fundamentais para o desempenho adequado do produto final.

Durante o aquecimento, a expansão associada à transformação de fase pode causar tensões internas no material cerâmico. Se estas tensões não forem adequadamente controladas, podem levar à formação de trincas ou deformações, comprometendo a integridade estrutural da cerâmica.

Para mitigar os desafios associados à transformação alotrópica do quartzo, uma abordagem a ser utilizada é o controle cuidadoso do ciclo térmico durante a queima das cerâmicas. Isso inclui a otimização das taxas de aquecimento e resfriamento para minimizar as tensões térmicas.

Figure 5.7 – Transformações de fases da sílica de acordo com o aumento da temperatura (HEANEY; PREWITT; GIBBS, 1994)

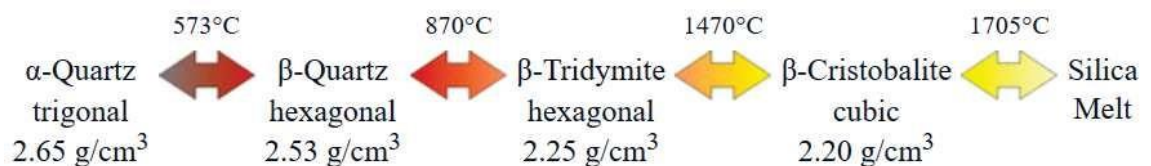
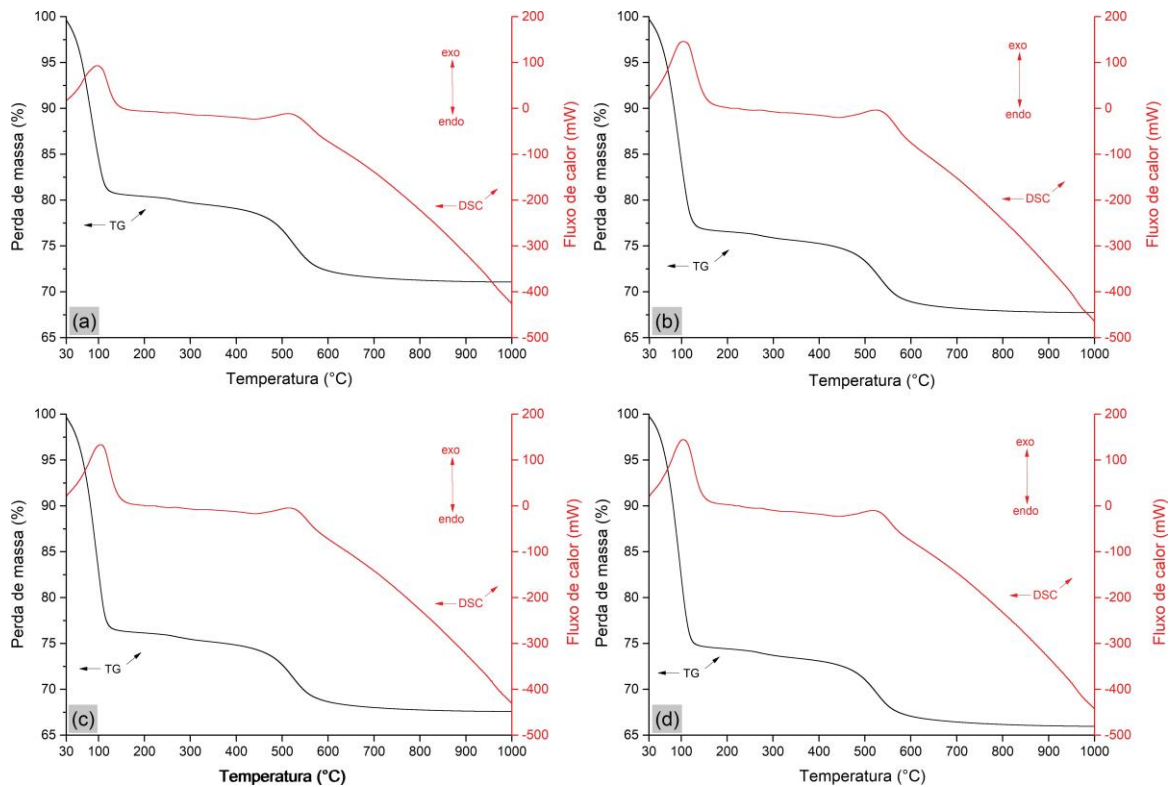


Figure 5.8 – Análise termogravimétrica de todas as formulações (a) 0 %, (b) 2 %, (c) 4 %e (d) 6 %



4.6 Propriedades físicas

4.6.1 Aspecto visual

A figura 5.9 mostra os corpos de prova feitos a partir de todas as formulações e sinterizados em todas as temperaturas propostas. Percebe-se uma semelhança entre todas as formulações. As peças sinterizadas a 800 °C e 900 °C se apresentaram com aspecto visual semelhantes entre si.

As cerâmicas sinterizadas a 1000 °C mostraram fissuras superficiais (craquelamento) e pequenas manchas escuras associadas a defeitos de "coração negro", que são marcas pretas que aparecem na superfície e núcleo da cerâmica que podem prejudicar não só o aspecto visual, como propriedades mecânicas. As fissuras são uma consequência de sua elevada retração linear (MONTEIRO; VIEIRA, 2004). De

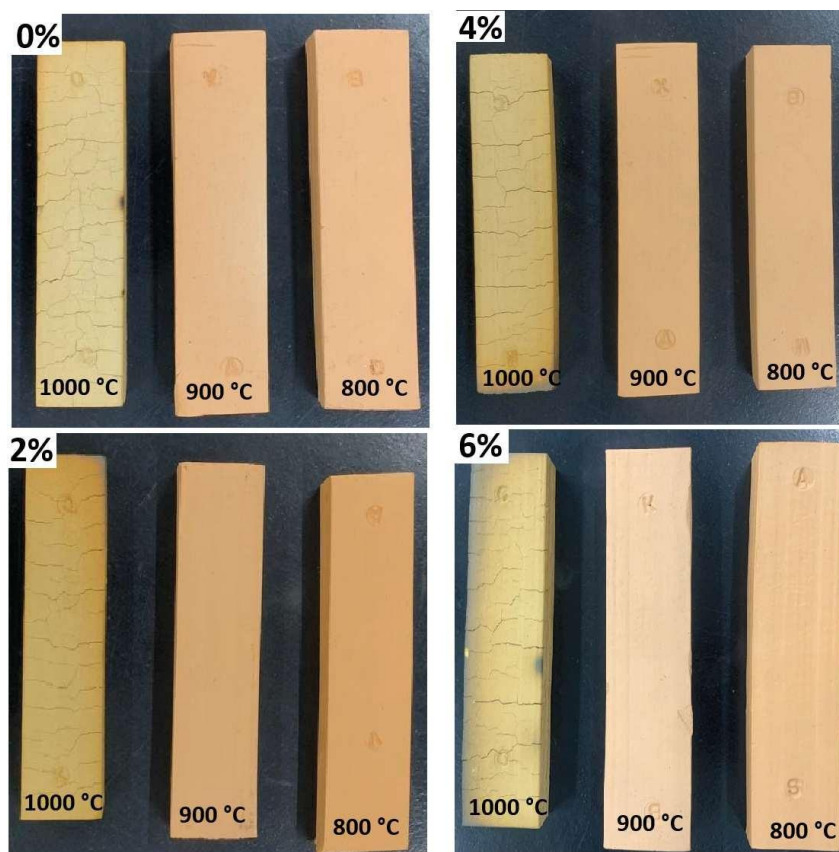
acordo com Gredmaier, Banks e Pearce (2011), os defeitos de "coração negro" resultam da redução do óxido de ferro de hematita (Fe_2O_3), que é responsável pela coloração avermelhada da cerâmica vermelha, para magnetita (Fe_3O_4) durante o processo de queima. O monóxido de carbono (CO) retira oxigênio da hematita deixando para trás magnetita. A difusão de gás é um processo bidirecional. O oxigênio precisa difundir-se para dentro do corpo de argila durante a queima, e o monóxido e dióxido de carbono precisam difundir-se para fora do corpo de argila. Portanto, o material carbonáceo não é diretamente responsável pelo coração negro. No entanto, pode ser indiretamente responsável ao gerar monóxido de carbono que, por sua vez, reduz Fe_2O_3 para Fe_3O_4 , como descrito na equação de oxirredução abaixo



Alguns fatores que podem influenciar a formação do defeito de coração negro estão listados a seguir (GREDMAIER; BANKS; PEARCE, 2011):

- Tempo de queima: um tempo de queima mais curto pode formar coração negro;
- Atmosfera de oxigênio durante a queima: a falta de oxigênio promove a formação de coração negro;
- Teor de ferro e carbono da argila: altos teores de ferro e carbono na argila elevam a tendência da formação de coração negro;
- Finura da argila e grau de compactação: isso influencia a permeabilidade dos gases. Se os gases não tiverem tempo suficiente para difundir-se para dentro ou para fora do interior do tijolo durante a queima há a formação de coração negro.

Figure 5.9 – Aspecto visual dos corpos de prova em todas as formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



4.6.2 Retração linear de secagem

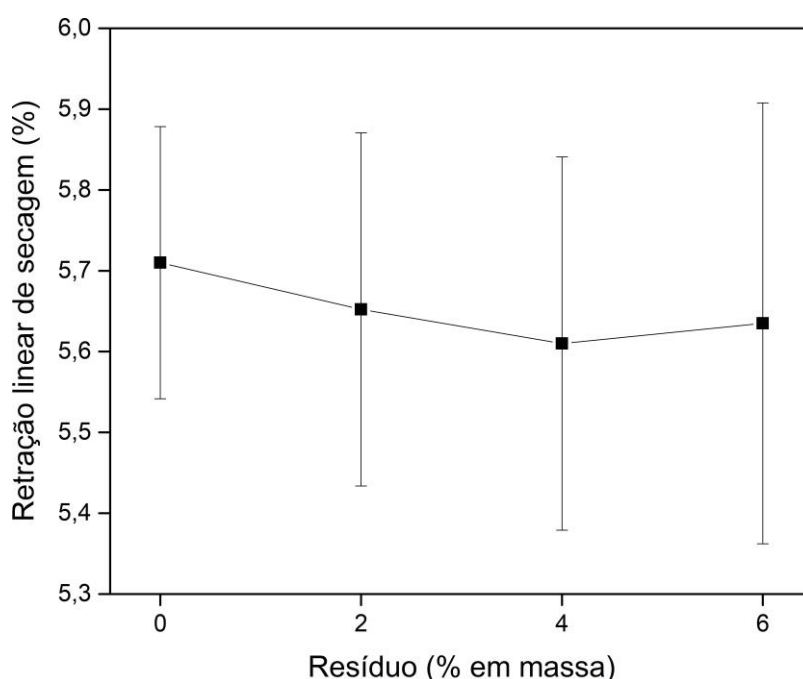
Na figura 5.10 está representado os resultados da retração linear de secagem para as cerâmicas em todas as formulações. Nota-se baixa variação entre as amostras, o que indica que a adição do resíduo não afeta de maneira significativa esta propriedade.

Além disso, é relevante destacar que a consistência nos resultados da retração linear demonstra uma característica desejável para a produção de cerâmicas, uma vez que a previsibilidade e a uniformidade no comportamento das peças são cruciais para garantir a qualidade e a funcionalidade dos produtos finais.

Esta retração é influenciada por uma série de fatores, incluindo a composição da argila, o teor de umidade inicial e as condições sob as quais a secagem ocorre. Uma

compreensão adequada deste fenômeno é crucial, pois a retração inadequada ou desigual pode resultar em defeitos na cerâmica, como fissuras, deformações ou até mesmo falhas estruturais (CHETVERIKOVA; FILYAK; KANYGINA, 2018).

Figure 5.10 – Retração linear de secagem das formulações.



4.6.3 Retração linear de queima

A figura 5.11 mostra a retração linear de queima dos corpos de prova em percentual de variação para suas respectivas formulações.

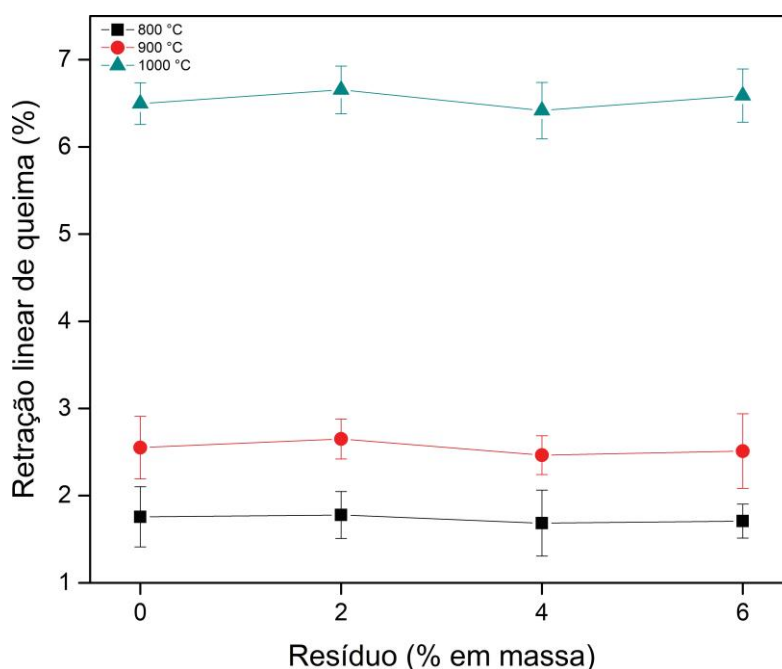
Ao observar a figura 5.11, percebe-se que, nas temperaturas de 800 °C e 900 °C, a variação da RLQ entre a cerâmica com e sem a adição do resíduo é mínima e mantém-se em torno de 1, 7 % e 2, 4 %, respectivamente. No entanto, a 1000 °C, quando se adiciona o resíduo, a retração linear cresce em 17 %. De acordo com Ferreira e Vieira (2017), esse fenômeno pode ser atribuído aos processos de sinterização que se intensificam em altas temperaturas, fazendo com que as partículas menores (no caso as do resíduo de alumina, como visto no item 5.2) se aproximem e resultem em uma retração mais acentuada.

Adicionalmente, observa-se que as peças submetidas a temperaturas de 800 °C e 900 °C tiveram uma retração inferior a 3 %, indicando uma variação dimensional

média, como estabelecido por Ferreira e Vieira (2017). Por outro lado, as peças expostas a 1000 °C mostraram uma retração superior a 6 %, sinalizando uma mudança considerável em suas dimensões. A retração linear é um critério tecnológico crucial para estabelecer as medidas finais da cerâmica vermelha. Portanto, é desejável que os índices de retração linear se mantenham em uma margem estreita, assegurando a produção consistente de cerâmica vermelha de excelente qualidade (FERREIRA; VIEIRA, 2017).

Isso se explica ao fato de que o aumento da temperatura provoca a redução da viscosidade das fases líquidas, facilitando assim o seu fluxo para dentro dos espaços vazios, por forças de capilaridade, e a fase líquida provoca a aproximação das partículas. Essa aproximação, por sua vez, resulta em uma diminuição do volume de poros e na retração da peça (MEDEIROS, 2010).

Figure 5.11 – Retração linear de queima das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



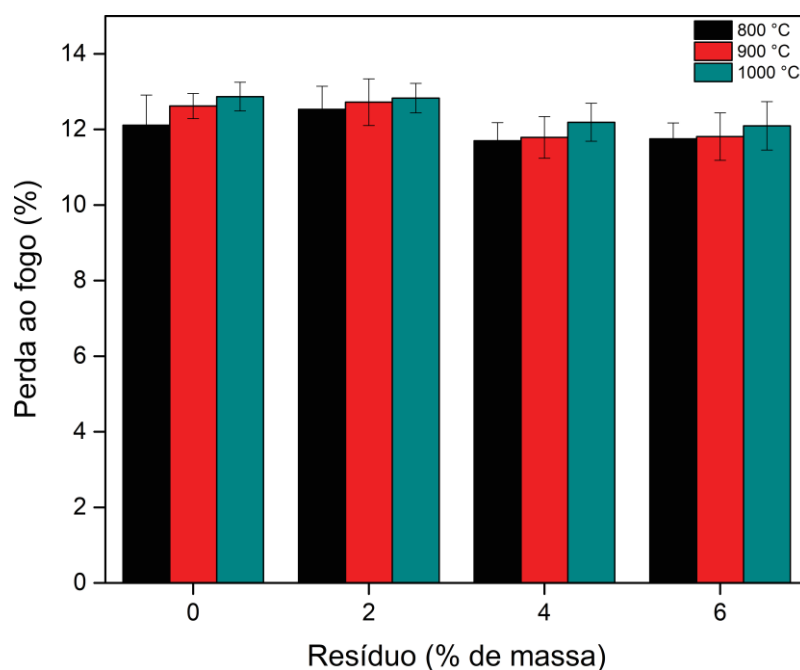
4.6.4 Perda ao fogo

A figura 5.12 relaciona os valores de perda ao fogo em percentual de redução de massa para as formulações em todas as temperaturas de queimas utilizadas. Percebe-se uma crescente de acordo com o aumento da temperatura de sinterização. Para valores de 4 % e 6 % de adição de resíduo, nota-se uma diminuição de cerca de 4 % em relação aos teores de 0 % e 2 % de

adição. Isso pode ser explicado ao fato de que a perda ao fogo corresponde à decomposição das águas intercaladas, de coordenação e zeolíticas, água de hidroxilas dos argilominerais e, também, de hidróxidos existentes, tais como Al(OH) e Fe(OH)_3 . Todavia, os componentes voláteis da matéria orgânica, sulfetos, sulfato e carbonatos, quando presentes são incluídos nessa determinação (SANTOS, 1989).

Como há a diminuição do teor de argila de consequente diminuição do teor dos argilominerais pela substituição do resíduo de alumina, há menor ocorrência do fenômeno supracitado, acarretando consequentemente na diminuição da perda ao fogo para amostras com maiores teores de resíduo incorporado.

Figure 5.12 – Perda ao fogo das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



4.6.5 Índice de absorção d'água

Na figura 5.13, observamos as médias e os desvios padrão relacionados à absorção de água em corpos cerâmicos com diferentes formulações, em todas as temperaturas avaliadas. Nota-se que a absorção de água manteve-se bastante semelhante dentro de suas respectivas temperaturas testadas, o que demonstra uma relação inerte da argila paracom o resíduo de alumina em relação a esse parâmetro.

Ademais, é evidente que a absorção de água diminui à medida que a temperatura de queima aumenta. Como demonstrado no gráfico, corpos de prova sinterizados a 800 °C tem uma absorção aproximadamente 5 % maior dos que o sinterizados a 900 °C. Já em relação a 1000 °C, há um absorção cerca de 45 % maior.

Conforme a norma *NBR 15270 – 1*, para tijolos, a taxa de absorção de água deve estar entre 8 % e 22 %. Assim, nota-se que somente as amostras queimadas a 900 °C e 1000 °C atendem aos padrões estabelecidos para a produção de tijolos.

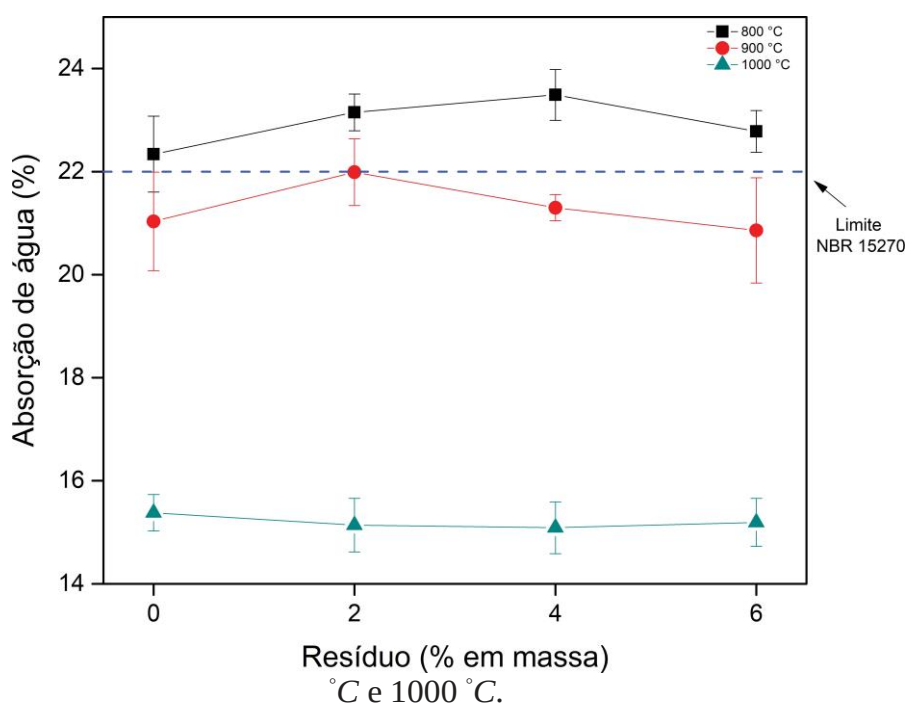
De acordo com Queiroga (2020), a capacidade que um determinado material possui de aumentar sua massa absorvendo a água que o envolve é chamada de absorção de água. Além disso, uma menor absorção indica durabilidade e resistência dos blocos com relação aos desgastes ambientais. Paralelamente, representa um fator chave na indicação de porosidade do tijolo, onde um leve aumento neste parâmetro pode proporcionar características de isolante térmico.

Cerâmicas com alta porosidade tendem a absorver mais água, o que pode ser prejudicial em diversas condições ambientais. Por exemplo, em climas frios, a água absorvida pode congelar e, ao se expandir, causar fissuras e danos à estrutura do material. Este processo repetitivo de congelamento e descongelamento acelera a deterioração da cerâmica. Além disso, a expansão e contração resultantes da absorção e evaporação da água podem levar a uma degradação estrutural ao longo do tempo.

Outro aspecto importante é o papel da água como catalisadora de reações químicas que podem afetar a cerâmica. A presença de sais na água, por exemplo, pode levar à eflorescência, um fenômeno onde os sais se cristalizam na superfície do material, enfraquecendo sua estrutura. Portanto, materiais com baixa absorção de água são preferíveis, pois são menos suscetíveis a essas mudanças e reações químicas, aumentando assim sua vida útil e eficácia.

Considerando ambientes específicos como aqueles expostos a chuvas ácidas ou à água do mar, a escolha de cerâmicas adequadas torna-se ainda mais crítica. Em locais com chuvas ácidas, uma baixa absorção de água é benéfica, pois minimiza a quantidade de ácido que penetra no material, reduzindo assim o risco de erosão e degradação causada pela reação ácida. Da mesma forma, em ambientes marinhos, onde a água é rica em sais e pode ser corrosiva, materiais cerâmicos com baixa absorção são mais resistentes aos danos causados pela cristalização de sais e pela corrosão química.

Figure 5.13 – Índice de absorção d'água das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



4.6.6 Porosidade aparente

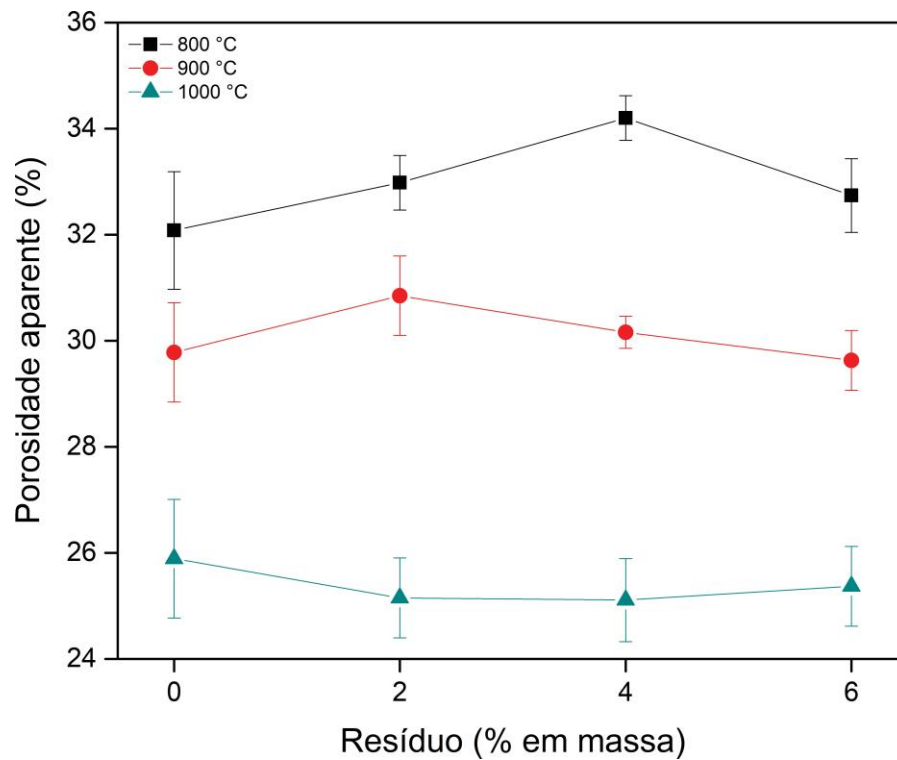
A figura 5.14 mostra os valores de porosidade aparente para todas as formulações em todas as temperaturas trabalhadas.

Nota-se elevados valores de porosidade para as cerâmicas sinterizadas em 800 °C e 900 °C, comparados com os corpos de prova sinterizados a 1000 °C, em todos os teores (33 % e 30 % contra 25 % em média, respectivamente). Novamente, os

resultados obtidos se mostram bem semelhantes entre si para todas as formulações em suas respectivas temperaturas de sinterização, o que indica mais uma vez uma baixa influência da adição do resíduo em questão nas propriedades físicas da cerâmica.

A porosidade do material está diretamente associada com a absorção de água do mesmo, vide que isso significa mais espaço para ocupação da água. Esse aspecto pode influenciar não somente na propriedade anteriormente citada, mas também em fatores físicos, tal qual a resistência a esforços mecânicos da cerâmica.

Figure 5.14 – Porosidade aparente das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



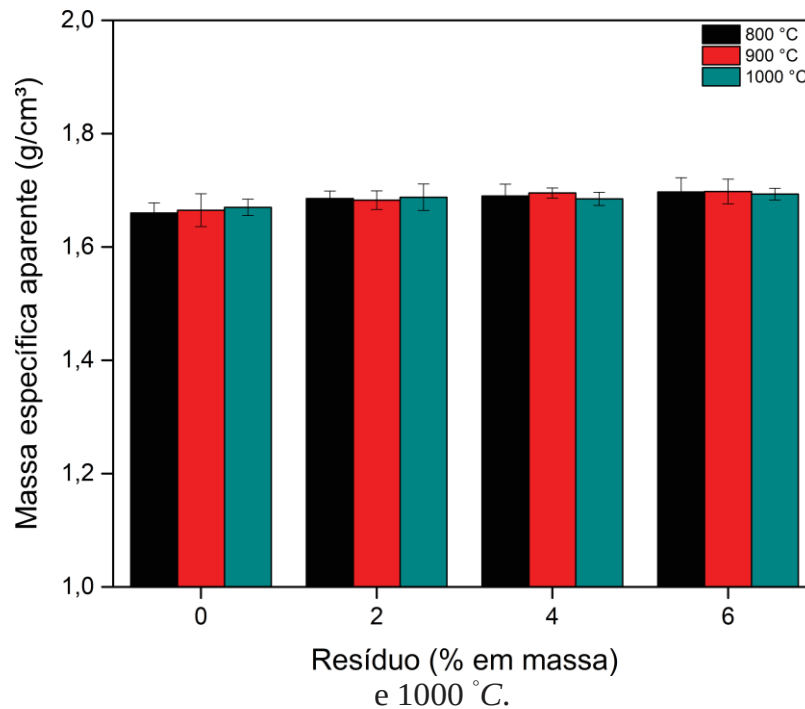
4.6.7 Massa específica aparente

A figura 5.15 mostra os valores de massa específica aparente para todas as formulações em todas as temperaturas trabalhadas.

Houve uma variação muito pequena nos resultados de massa específica aparente, porém em todas ocorreram aumento em relação à massa de referência isenta da adição de resíduo de alumina. Uma média de aproximadamente 1,66 g/cm³ para a formulação sem incorporação de resíduo contra 1,69 g/cm³ para a massa com 6 % de resíduo incorporado.

O resíduo apresentou uma granulometria menor do que a argila, isso possibilita uma maior empacotamento e adensamento entre as partículas, propiciando então, uma maior densidade (AGUIAR; GADIOLI, 2020).

Figure 5.15 – Massa específica aparente das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C



5. Propriedades mecânicas

5.1 Resistência à flexão

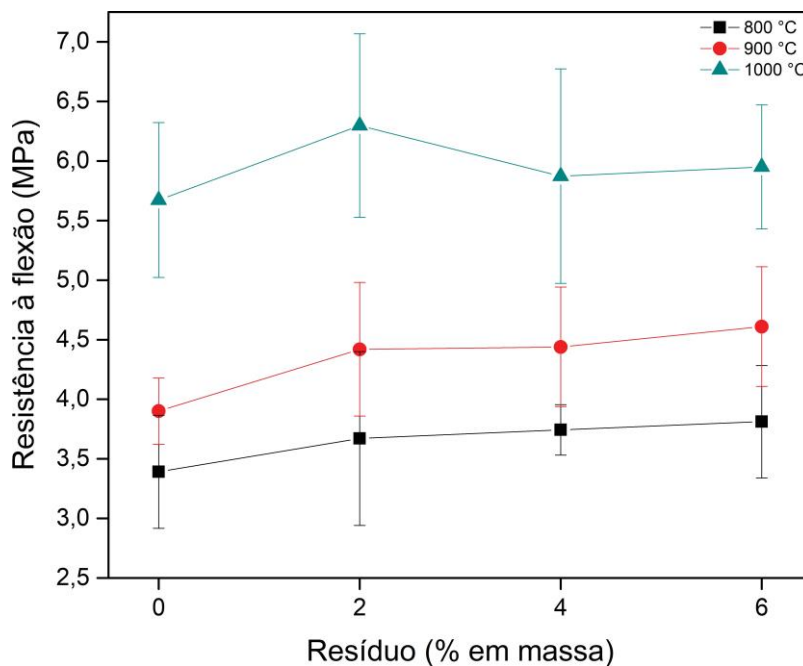
A figura 5.16 mostra as médias e os desvios padrão da resistência mecânica das diferentes composições analisadas, que foram submetidas a temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C. Esses valores são apresentados em relação à quantidade de alumina adicionada à massa cerâmica.

Observa-se um pequeno aumento na resistência com a adição progressiva de resíduo, disperso no desvio padrão dos resultados. Porém, esse aumento diminuto pode também ser atribuído à dureza da alumina. Ao se integrar à matriz cerâmica, a alumina pode promover uma distribuição de tensões mais uniforme. Esta interação melhora a robustez do corpo cerâmico, influenciando suas propriedades mecânicas.

Observa-se que a capacidade de resistência mecânica cresce consideravelmente com a elevação da temperatura. Por exemplo, componentes sem adição de alumina, submetidos a 1000 °C, tiveram um acréscimo de 100 % na tensão de ruptura à flexão em comparação com aqueles submetidos a 800 °C. Esse fenômeno é atribuído aos processos de sinterização, que favorecem a formação de uma maior quantidade de fase líquida, diminuindo a porosidade do material e assegurando uma união mais eficaz entre as partículas.

De acordo com Santos (1989), a resistência mínima à flexão requerida para a produção de tijolos de alvenaria é de 2 MPa, enquanto para tijolos furados é de 5, 5 MPa e para telhas é de 6, 5 MPa. Todas as formulações alcançaram, pelo menos, a marca de 2 MPa. Apenas as amostras sinterizadas a 1000 °C atingiram a resistência de 5, 5 MPa, independente da formulação. No entanto, nenhuma das formulações conseguiu alcançar o patamar de 6, 5 MPa.

Figure 5.16 – Resistência à flexão das formulações nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C.



5.2 Microscopia eletrônica de varredura da seção fraturada

As imagens da superfície cerâmica sem incorporação de resíduo, submetidas a temperaturas de 800 °C e 1000 °C, estão representadas, respectivamente, nas figuras

5.17 e 5.18. Ao examinar a figura 5.17, nota-se que a amostra pura queimada a 800 °C exibe uma textura mais rugosa e grosseira, com pouca união entre as partículas e poros interligados, apresentando veios porosos.

Esses traços microestruturais são típicos da argila caulinítica queimada nesta faixa de temperatura, porque a formação da fase líquida, mecanismo principal de consolidação das partículas, ainda não é suficiente para eliminar a porosidade aberta, como identificado por Vieira *et al.* (2013) *apud* Ferreira (2018).

Ao analisar a figura 5.18, observa-se que a cerâmica submetida a 1000 °C possui uma microestrutura mais refinada, graças aos processos de sinterização que ocorrem nessa temperatura.

Figure 5.17 – Micrografias da superfície cerâmica sem resíduos, ampliação 1000x, sinterização 800 °C.

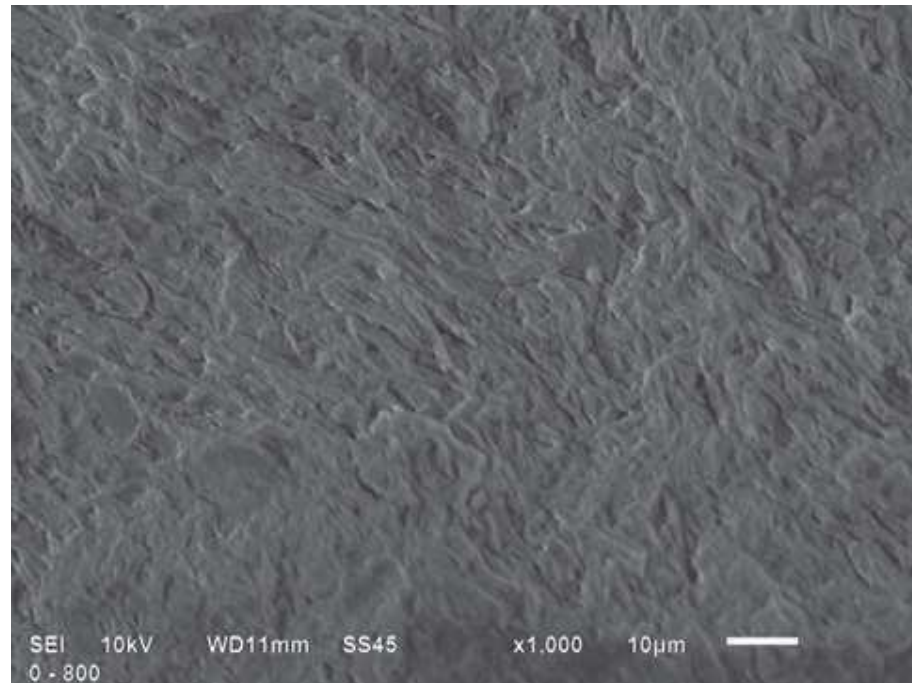
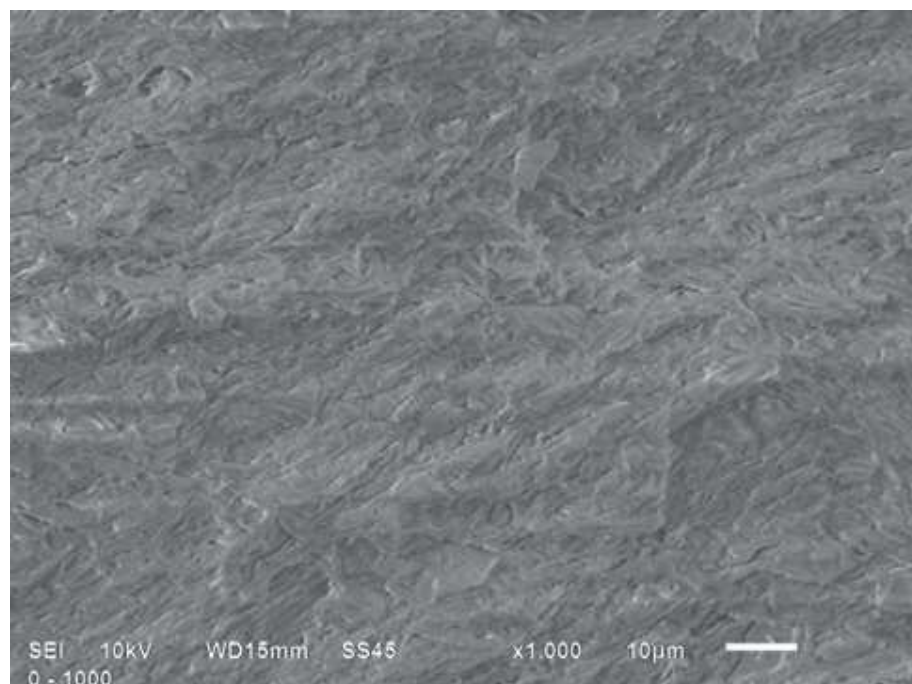


Figure 5.18 – Micrografias da superfície cerâmica sem resíduos, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.



As figuras 5.19 e 5.20 mostram imagens da superfície cerâmica com incorporação de 6 % de resíduo, sinterizadas a 800 °C e 1000 °C, respectivamente.

Observa-se a existência de partículas de alumina dispersas na matriz cerâmica que foram identificadas pelo EDS. Na temperatura de 1000 °C, a estrutura apresenta-se mais compacta e densa. Em relação às micrografias sem adição de resíduo, há uma densificação ligeiramente menor e uma estrutura mais irregular.

Figure 5.19 – Micrografias da superfície cerâmica com 6 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 800 °C.

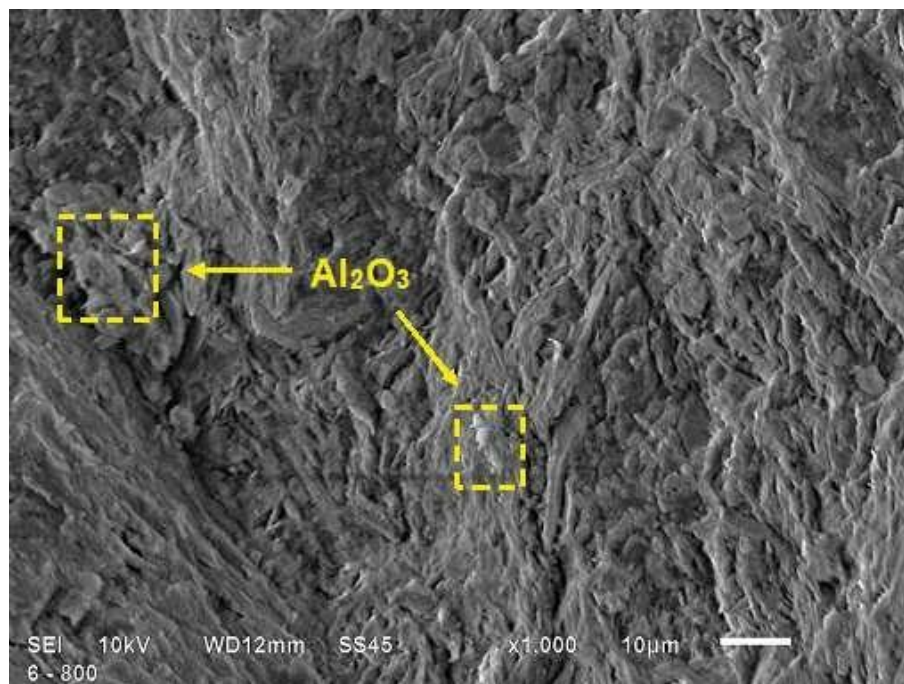


Figure 5.20 – Micrografias da superfície cerâmica com 6 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.

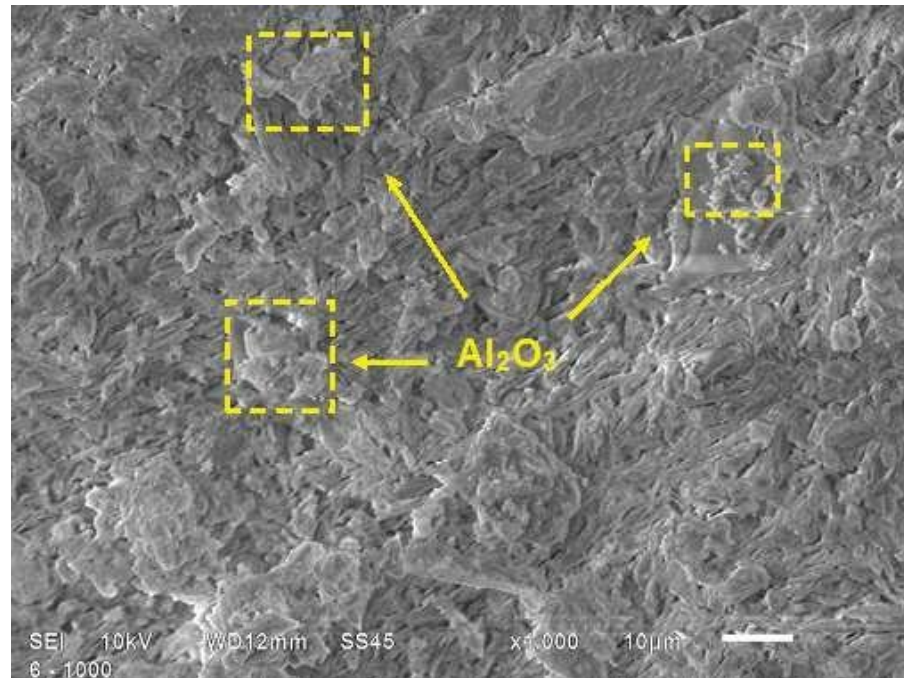
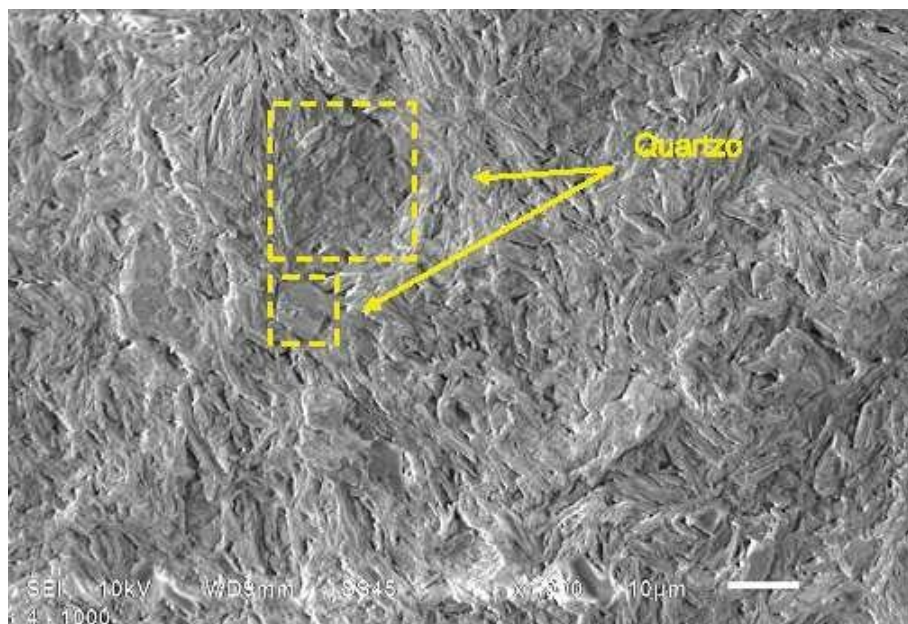


Figure 5.21 – Micrografias da superfície cerâmica com 4 % de incorporação de resíduo, ampliação 1000x, sinterização 1000 °C.



5. CONCLUSÃO

Neste trabalho, a incorporação do resíduo de membrana cerâmica de alumina na produção de produtos de cerâmica vermelha foi avaliada, levando às seguintes observações:

- As argilas utilizadas neste estudo possuem uma composição química caulinítica com presença de quartzo. Estas características são comuns em muitos tipos de argilas utilizadas na indústria cerâmica.
- Os resultados indicam que a temperatura de sinterização desempenha um papel crucial nas propriedades físicas e mecânicas dos produtos cerâmicos resultantes. O aumento da temperatura de sinterização leva a uma redução na absorção de água, um aumento na retração linear durante a queima e o aprimoramento das propriedades mecânicas.
- O resíduo de membrana cerâmica de alumina apresentou uma composição com 99 % de alumina. Esta característica sugere que o resíduo é predominantemente composto por alumina, um material conhecido por suas propriedades cerâmicas.
- Ambos, a argila e o resíduo de membrana cerâmica de alumina, apresentaram granulometria grosseira. Esta similaridade pode ter influenciado a interação entre os dois materiais durante a mistura e a conformação, provocando redução nas propriedades físicas e mecânicas.
- A porosidade aparente das cerâmicas sinterizadas a 800 °C e 900 °C é significativamente maior em comparação com aquelas sinterizadas a 1000 °C. A absorção de água, crucial para a durabilidade e resistência dos blocos cerâmicos, diminui à medida que a temperatura de sinterização aumenta.
- Em relação ao processo de queima, as temperaturas de queima foram identificadas como fatores determinantes nas propriedades finais da cerâmica. A adição progressiva de resíduos de alumina contribuiu para um aumento modesto, mas perceptível, na resistência mecânica das cerâmicas. Essa melhoria pode ser atribuída à dureza da alumina, que, quando integrada à matriz cerâmica, promove uma distribuição mais uniforme das tensões, reforçando a estrutura do material.
- Foi observado que a incorporação de até 6% de membrana cerâmica de alumina na cerâmica vermelha não causou alterações significativas nas propriedades do material. Esta descoberta sugere que há potencial para a utilização deste resíduo na produção cerâmica, sem comprometer as características do produto final.

Em resumo, este estudo indica que a adição de resíduos industriais, como a membrana cerâmica de alumina, na produção de cerâmica vermelha pode ser uma estratégia viável. Estas conclusões não apenas destacam a viabilidade técnica de incorporar resíduos de alumina em cerâmicas vermelhas, mas também apontam para os benefícios ambientais e econômicos dessa abordagem inovadora. A pesquisa oferece contribuições substanciais para a indústria cerâmica, proporcionando uma perspectiva promissora para a sustentabilidade e práticas responsáveis de gestão de resíduos.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar melhor controle granulométrico das argilas e do resíduo;
- Avaliar a influência do resíduo sobre as propriedades plásticas da massa cerâmica;
- Estudar temperaturas de queima superiores a 1000 °C;
- Estudar incorporações acima de 6%;
- Realizar estudo de viabilidade econômica da incorporação da alumina em cerâmica vermelha.

7. REFERÊNCIAS

- ABCERAM. Cerâmica Vermelha. 2009. Disponível em: <https://abceram.org.br/ceramica-vermelha_/>.
- AGUIAR, M. C. d.; GADIOLI, M. C. B. Utilização de resíduo de rocha ornamental para fabricação de cerâmica vermelha no estado do espírito santo. CETEM/MCTI, 2020.
- AL-FAKIH, A.; MOHAMMED, B. S.; LIEW, M. S.; NIKBAKHT, E. Incorporation of waste materials in the manufacture of masonry bricks: An update review. *Journal of Building Engineering*, Elsevier, v. 21, p. 37–54, 2019.
- ALVES, P. C. F. Síntese e caracterização de suportes de alumina para aplicação em membranas cerâmicas para processos de separação gasosa. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de Minas Gerais, 2021.
- BAKER, R. W. *Membrane technology and applications*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2004.
- BLONSKI, S.; GAROFALINI, S. Molecular dynamics simulations of α -alumina and γ -alumina surfaces. *Surface Science*, Elsevier, v. 295, n. 1-2, p. 263–274, 1993.
- CARTY, W. M.; SENAPATI, U. Porcelain—raw materials, processing, phase evolution, and mechanical behavior. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 81, n. 1, p. 3–20, 1998.
- CASAGRANDE, M. C.; SARTOR, M.; GOMES, V.; DELLA, V.; HOTZA, D.; OLIVEIRA, A. d. Reaproveitamento de resíduos sólidos industriais: processamento e aplicações no setor cerâmico. *Cerâmica Industrial*, v. 13, n. 1/2, p. 34–42, 2008.
- CASELLA, G.; BERGER, R. L. *Statistical inference*. Col Publish Co, 1990.
- CASTRO, R. H. R. de. Estudo da influência de aditivos na transformação de fase gama para a alumina. Orientador: Douglas Gouvêa, 2005.
- CHETVERIKOVA, A. G.; FILYAK, M. M.; KANYGINA, O. N. Evolution of phase morphology in dispersed clay systems under the microwave irradiation. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 64, p. 367–372, 2018.
- CHRISPIM, Z. M.; ALVES, M.; RAMOS, I.; SILVA, A.; ALMEIDA, L. L. de *et al.*

- Characterization of residual soils of the region of campos dos goytacazes, rj, brazil, slipfor use in artistic ceramics; caracterizacao de solos residuais da regio de campos dos goytacazes, rj, brazil, para uso de engobes em ceramica artistica. 2010.
- COSTA, R. L. de S. Influência da incorporação da lama de alto forno em massa cerâmicapara a produção de telhas. Universidade Federal do Pará, 2018.
- COUTINHO, N.; VIEIRA, C. Caracterização e incorporação de cinza de resíduo sólido urbano em cerâmica vermelha. *Cerâmica, SciELO Brasil*, v. 62, p. 249–255, 2016.
- FACINCANI, T. Tecnologia ceramica: i laterizi, ed. Faenza, Itália,, 1992.
- FARIA, J. S. de; MANHÃES, R. d. S. T.; LUZ, F. S. da; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. Incorporation of unserviceable tire waste in red ceramic. *Journal of Materials Research and Technology, Elsevier*, v. 8, n. 6, p. 6041–6050, 2019.
- FERREIRA, M. das N. Incorporação de lodo de estação de tratamento de efluentes(ETE) de lavanderia industrial em cerâmica vermelha. Dissertação (Mestrado) — Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2018.
- FERREIRA, M. das N.; VIEIRA, C. M. F. Incorporação de lodo de estação de tratamentode efluentes (ete) de lavanderia industrial em cerâmica vermelha. In: *Congresso Fluminense de Pós-Graduação-CONPG*. [S.l.: s.n.], 2017.
- FRANÇA, B. R.; AZEVEDO, A. R. G.; MONTEIRO, S. N.; FILHO, F. D. C. G.; MARVILA, M. T.; ALEXANDRE, J.; ZANELATO, E. B. Durability of soil-cementblocks with the incorporation of limestone residues from the processing of marble. *Materials Research, SciELO Brasil*, v. 21, 2018.
- GHENAI, C. Life cycle assessment of packaging materials for milk and dairy products. *Int. J. of Thermal & Environmental Engineering*, v. 4, n. 2, p. 117–128, 2012.
- GIRONDI, G. D.; MARVILA, M. M.; AZEVEDO, A. R. de; SOUZA, C. C. de; SOUZA, D.; BRITO, J. de; VIEIRA, C. M. F. Recycling potential of powdered cigarette waste in the development of ceramic materials. *Journal of Material Cycles and Waste Management, Springer*, v. 22, p. 1672–1681, 2020.
- GREDMAIER, L.; BANKS, C.; PEARCE, R. Calcium and sulphur distribution in firedclay brick in the presence of a black reduction core using micro x-ray fluorescence mapping. *Construction and Building Materials, Elsevier*, v. 25, n. 12, p. 4477–4486, 2011.
- GUIMARÃES, C. d. O. Avaliação do ciclo de queima nas propriedades tecnológicasde cerâmica vermelha. Tese (Doutorado) — Dissertação (Mestrado) UENF, Campos dos Goytacazes-RJ, 2017.

HEANEY, P. J.; PREWITT, C. T.; GIBBS, G. V. Silica: Physical behavior, geochemistry, and materials applications. [S.l.]: Walter de Gruyter GmbH & Co KG, 1994. v. 29.

HEIMANN, R. B. Classic and advanced ceramics: from fundamentals to applications. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2010.

HOLANDA, R. M.; SILVA, B. B. da. Cerâmica vermelha—desperdício na construção versus recurso natural não renovável: Estudo de caso nos municípios de paudalho/pe e Recife/pe (red ceramic-construction waste versus non-renewable natural resource: A

case study in paudalho-pe and...). Revista Brasileira de Geografia Física, v. 4, n. 4, p. 872–890, 2012.

HOWIE, R.; ZUSSMAN, J.; DEER, W. An introduction to the rock-forming minerals. [S.l.]: Longman London, UK, 1992.

HZZK. About the Brick Industry Worldwide. 2019. Disponível em:

<<https://hablakilns.com/the-brick-industry/the-brick-market/>>.

LENZA, R. F. S.; VASCONCELOS, W. L. Síntese de membranas cerâmicas via método sol-gel utilizando TEOS e N, N-dimetilformamida. [S.l.]: SciELO Brasil, 2002. 893–896 p.

LI, K. Ceramic membranes for separation and reaction. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2007.

LOYOLA, L. d. C. Programa de capacitação de recursos humanos na indústria cerâmico do estado do paran . Curitiba, 1998.

MACEDO, R.; MENEZES, R.; NEVES, G.; FERREIRA, H. Estudo de argilas usadas em cer mica vermelha. Cer mica, SciELO Brasil, v. 54, p. 411–417, 2008.

MEDEIROS, L. C. d. Adi  o de cascalho de perfura  o da bacia potiguar em argilas para uso em materiais cer micos: influ  ncia da concentra  o e temperatura de queima. Disserta  o (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2010.

MEI, H.; TAN, X.; CHEN, C. Interactions between radionuclides and the oxide-water interfaces in the environment. In: Interface science and technology. [S.l.]: Elsevier, 2019. v. 29, p. 39–105.

METSON, J. Production of alumina. In: Fundamentals of aluminium metallurgy. [S.l.]: Elsevier, 2011. p. 23–48.

MONTEIRO, S.; ALEXANDRE, J.; MARGEM, J.; S  NCHEZ, R.; VIEIRA, C.

Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. Construction and Building Materials, Elsevier, v. 22, n. 6, p. 1281–1287, 2008.

MONTEIRO, S.; VIEIRA, C. Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from campos dos goytacazes, brazil. *Applied clay science*, Elsevier, v. 27,

n. 3-4, p. 229–234, 2004.

MONTEIRO, S.; VIEIRA, C.; RIBEIRO, M.; SILVA, F. Red ceramic industrial products incorporated with oily wastes. *Construction and Building Materials*, Elsevier, v. 21, n. 11, 2007.

MORAIS, D. d.; SPOSTO, R. M. Propriedades tecnológicas e mineralógicas das argilas e suas influências na qualidade de blocos cerâmicos de vedação que abastecem o mercado do distrito federal. *Cerâmica Industrial*, v. 11, n. 5-6, p. 35–38, 2006.

MORENO, M.; BARTOLOMEU, D.; LIMA, R. Análise do comportamento de queima de argilas e formulações para revestimento cerâmico. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 55, p. 286–295, 2009.

MORINI, A.; OLIVEIRA, K.; PEREIRA, F.; HOTZA, D. Avaliação da potencialidade do uso de resíduos industriais através de ferramenta de seleção de materiais para projeto de produtos cerâmicos. *Cerâmica Industrial*, v. 21, n. 2, p. 36–44, 2016.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; JÚNIOR, M. C. As matérias-primas cerâmicas. parte i: o perfil das principais indústrias cerâmicas e seus produtos. *Cerâmica Industrial*, v. 6, n. 2, p. 28–39, 2001.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; JÚNIOR, M. C.; TANNO, L.; CUCHIERATO, G.

As matérias-primas plásticas para a cerâmica tradicional: argilas e caulins. *Cerâmica Industrial*, v. 9, n. 2, p. 33–46, 2004.

NICOLITE, M.; DELAQUA, G. C.; MARVILA, M. T.; JR, F. V.; COLORADO, H. A.;

VIEIRA, C. M. Reuse of wastes from the production of electrofused alumina in red ceramics. *Environment, Development and Sustainability*, Springer, v. 25, n. 1, p. 669–685, 2023.

NIERO, D. F. Síntese e caracterização de nano alumina por rota inorgânica. 2019.

OLIVEIRA, E.; HOLANDA, J. Influência da adição de resíduo (lodo) de estação de tratamento de águas nas propriedades e microestrutura de cerâmica vermelha. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 54, p. 167–173, 2008.

PINHEIRO, B. C. A.; HOLANDA, J. N. F. Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 56, p.

237–243, 2010.

PINTO, M.; SOUSA, S.; HOLANDA, J. Efeito do ciclo de queima sobre as propriedades tecnológicas de uma massa cerâmica vermelha para revestimento poroso. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 51, p. 225–229, 2005.

PUREZA, J. C. C.; VICENZI, J.; BERGMANN, C. P. Utilização de resíduos de baixagranulometria como matéria-prima na produção de cerâmica vermelha: considerações quanto aos mecanismos de sinterização. *Cerâmica industrial*, v. 12, n. 3, p. 27–33, 2007.

QUEIROGA, A. F. F. A influência do uso de um resíduo siderúrgico no setor de cerâmica vermelha. 2020.

QUEIROZ, L. F. T. Efeito da quantidade de areia quartzosa no processamento, microestrutura e propriedades da cerâmica vermelha para telhas. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2009.

RANGEL, M. d. C. Membranas inorgânicas e reatores catalíticos. *Química nova*, SciELO Brasil, v. 20, p. 486–492, 1997.

RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, A. A.; LABRINCHA, J. A. Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas. *Cerâmica Industrial*, v. 8, n. 1, p. 37–42, 2003.

SALVIANO, D. S.; COSTA, G. Extrusora para materiais cerâmicos. 2018. Disponível em: <<https://www.demat.cefetmg.br/extrusora-para-materiais-ceramicos/>>.

SANTOS, P. Tecnologia de argilas aplicadas à indústria brasileira. Editora EdgardBlücher–EDUSP, São Paulo, 1975.

SANTOS, P. S. Ciência e tecnologia de argilas. São Paulo, EDUSP, 1989.

SILVA, L. L. de O. Síntese e caracterização de suportes de alumina usados em membranas cerâmicas. Tese (Doutorado) — UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, 2010.

SILVA, P. F. D. Cerâmica vermelha incorporada com resíduo de pedras. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Pará, 2019.

SORIA, R. Overview on industrial membranes. *Catalysis Today*, Elsevier, v. 25, n. 3–4, p. 285–290, 1995.

TIFFO, E.; ELIMBI, A.; MANGA, J. D.; TCHAMBA, A. B. Red ceramics produced from mixtures of kaolinite clay and waste glass. *Brazilian Journal of Science and Technology*, Springer, v. 2, p. 1–13, 2015.

TUBINO, L.; BORBA, P. Etapas do processo cerâmico e sua influência no produto final—massa, extrusão, secagem e queima. *Resposta Técnica*, 2006.

VIEIRA, C.; MONTEIRO, S. Incorporation of solid wastes in red ceramics: an updated review. *Matéria* (Rio de Janeiro), SciELO Brasil, v. 14, p. 881–905, 2009.

VIEIRA, C.; PINHEIRO, R. Avaliação de argilas caulínicas de campos dos goytacazes utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha. *Cerâmica, SciELO Brasil*, v. 57, p.

319–323, 2011.

VIEIRA, C.; SOARES, T.; SÁNCHEZ, R.; MONTEIRO, S. Incorporation of granite waste in red ceramics. *Materials Science and Engineering: A, Elsevier*, v. 373, n. 1-2, p. 115–121, 2004.

VIEIRA, C. M. F.; FEITOSA, H. S.; MONTEIRO, S. N. Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através da curva de bigot. *Cerâmica Industrial*, v. 8, n. 1, p. 42–46, 2003.

VIEIRA, C. M. F.; SANCHEZ, R.; MONTEIRO, S. N.; LALLA, N.; QUARANTA, N.

Recycling of electric arc furnace dust into red ceramic. *Journal of Materials Research and Technology, Elsevier*, v. 2, n. 2, p. 88–92, 2013.

WEFERS, K.; MISRA, C. Oxides and hydroxides of aluminum. [S.l.]: Alcoa Laboratories Pittsburgh, 1987. v. 19.

XUAN, D.; POON, C. S.; ZHENG, W. Management and sustainable utilization of processing wastes from ready-mixed concrete plants in construction: A review. *Resources, Conservation and Recycling, Elsevier*, v. 136, p. 238–247, 2018.

ZACCARON, A.; NANDI, V. de S.; BÓ, M. D.; PETERSON, M.; ANGIOLETTTO, E.;

BERNARDIN, A. M. Characterization and use of clays and argillites from the south of santa catarina state, brazil, for the manufacture of clay ceramics. *Clay Minerals, Cambridge University Press*, v. 55, n. 2, p. 172–183, 2020.

ZHANG, L. Production of bricks from waste materials—a review. *Construction and building materials, Elsevier*, v. 47, p. 643–655, 2013.