

CARLOS ALBERTO FRANÇA JUNIOR

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE
ALUMINA ATIVADA EM MATRIZ CERÂMICA**

Dezembro de 2022



INSTITUTO FEDERAL
DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
Bahia



PPGEM



Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais
Instituto Federal da Bahia

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE ALUMINA ATIVADA EM MATRIZ CERÂMICA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do IFBA, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dra. Mirtânia Antunes Leão
Coorientador: Prof. Dr. Aldemiro José Rocha
Palma

Salvador, Dezembro de 2022

Biblioteca Raul V. Seixas – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia - IFBA - Salvador/BA.

F814e França Junior, Carlos Alberto.
Estudo da influência da adição do resíduo de alumina ativada em matriz cerâmica / Carlos Alberto França Junior. Salvador, 2022.
92 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia.
Orientadora: Prof^a. Dr^a. Mirtânia Antunes Leão.
Coorientador: Prof. Dr. Aldemiro José Rocha Palma.

1. Reuso. 2. Alumina ativada 3. Porcelanato. 4. Massa padrão. 5. Resíduo.
I. Leão, Mirtânia Antunes. II. Palma, Aldemiro José Rocha. III. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia. IV. Título.

CDU 2 ed. 692.5

CARLOS ALBERTO FRANÇA JUNIOR

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE ALUMINA
ATIVADA EM MATRIZ CERÂMICA**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia (IFBA) como requisito parcial para a obtenção do título de

MESTRE EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

sendo aprovada em sua forma final na data

09/01/2023

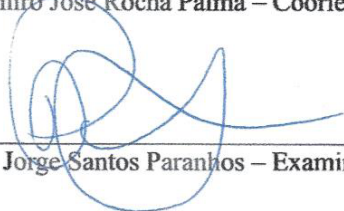
BANCA EXAMINADORA



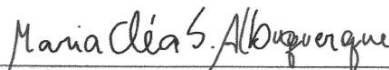
Prof. Dra. Mirtânia Antunes Leão – Orientadora



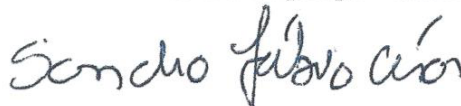
Prof. Dr. Aldemiro José Rocha Palma – Coorientador



Prof. Dr. Raimundo Jorge Santos Paranhos – Examinador IFBA



Prof. Dra. Maria Cléa Soares de Albuquerque – Examinadora IFBA



Prof. Dr. Sandro Fábio César – Examinador Externo UFBA

DEDICATÓRIA

A Deus, por ter orientado a minha vida pelos caminhos que até hoje tenho seguido.

A minha esposa Rebeca Lima, pela compreensão, incentivo e apoio.

E aos meus pais, pelos valores ensinados ao longo da vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela existência, pela sabedoria e forças que me deu para chegar até aqui.

A minha querida Rebeca que, além de esposa, é uma amiga, companheira e que em todos esses anos juntos têm me ajudado a persistir e acreditar na concretização dos meus sonhos.

Aos meus pais Carlos e Ivani, que me trouxeram a esse mundo e com toda fé e ensinamentos me fizeram ser a pessoa que sou hoje.

A minha irmã Scarlet, que me inspirou a ser uma referência de pessoa para ela.

À professora Mirtânia, pelos puxões de orelha, pela paciência e pelas palavras de incentivo e confiança, mostrando-se sempre disposta nos ensinamentos e orientação para a realização deste trabalho.

Ao Professor Aldemiro Palma, pelo valioso apoio e coorientação.

Ao professor Raimundo Paranhos, pelas ideias compartilhadas e dúvidas sanadas.

Ao meu colega de mestrado e de grupo de pesquisa Rafael, por me ajudar a realizar os ensaios nos momentos em que não pude estar na faculdade, por causa do meu turno de trabalho.

Aos meus colegas do grupo de pesquisa GCPC Prof. Dr. Pedro, Alberto, Vitor, Victor Antunes, Albert, Itana, Sidnalva, Vitória, Rebeca, Danilo, em especial a Carla Tainara (que me ajudou muito nos experimentos), pelo apoio e boa convivência no grupo e trabalhos de pesquisa realizados em conjunto, que têm nos rendido muitas publicações.

Aos colegas do mestrado Michel, Gislane, Peter, Cris, Catarina, pelo apoio nas aulas e trabalhos realizados nas turmas de aula do mestrado.

Aos Técnicos Alberto e Luzrege da TECNOGRES, pela doação de matérias-primas que ajudaram na produção deste trabalho.

À Técnica Helena da ELIANE, pela doação de matérias-primas e consultoria técnica que ajudou a fundamentar o desenvolvimento deste trabalho.

Aos técnicos e funcionários do DTMM (IFBA), Carina, Yure, Hélder, Adailton, Dona Maria, Gil, Dona Lícia, pela amizade e competente apoio nos meus trabalhos experimentais.

Por fim, a todos aqueles que eu não citei, mas contribuíram direta ou indiretamente para mais uma vitória na minha vida profissional.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ilustração das camadas do revestimento cerâmico.....	25
Figura 2 - Micrografia de amostras sinterizadas a 1280 °C contendo, respectivamente, 15g e 30g de feldspato sódico.....	32
Figura 3 - Esquema básico da fabricação de revestimentos.....	34
Figura 4 - Esquema dos estágios clássicos da sinterização.....	39
Figura 5 - Célula unitária ideal de uma γ -Al ₂ O ₃	44
Figura 6 - Esquema de uma planta de reciclagem de chamote.....	48
Figura 7 – Fluxograma experimental.....	50
Figura 8 – Etapa de mistura e homogeneização dos corpos de prova.....	53
Figura 9 – Etapa de compactação dos corpos de prova.....	54
Figura 10: Amostras sendo colocadas no forno tubular.....	55
Figura 11 - Ensaio de flexão de 3 pontos.....	58
Figura 12 - Partes seccionadas da superfície de fratura sendo metalizadas.....	59
Figura 13 - Da esquerda para a direita, os corpos de prova com 0, 2, 4, 6, 8 e 10% de resíduo incorporado na massa padrão.....	62
Figura 14 - Gráfico de retração linear dos corpos sinterizados.....	63
Figura 15 - Gráfico da massa específica aparente dos corpos sinterizados.....	65
Figura 16 - Gráfico da porosidade aparente dos corpos sinterizados.....	66
Figura 17 - Gráfico da absorção de água dos corpos sinterizados.....	67
Figura 18 - Gráfico da resistência à flexão dos corpos sinterizados.....	69
Figura 19 - MEV da superfície de fratura da amostra com 0 e 2% de resíduo, com ampliação de 3000x.....	72
Figura 20 - MEV da superfície de fratura da amostra com 4 e 6% de resíduo, com ampliação de 3000 e 5000x, respectivamente.....	73
Figura 21 - MEV da superfície de fratura da amostra com 8 e 10% de resíduo, com ampliação 5000x.....	74
Figura 22 - MEV da superfície de fratura da amostra sem resíduo (a) e com 2% de resíduo (b), com ampliação 10000x.....	75
Figura 23 - MEV da superfície de fratura das amostras com 4 (a) e 6% de resíduo (b) incorporado, com ampliação 10000x.....	76
Figura 24 - MEV da superfície de fratura das amostras com 8 (a) e 10% de resíduo (b) incorporado, com ampliação de 10000x.....	77

LISTA DE QUADROS

Quadro 3.1 - Classificação da indústria cerâmica (continua)	23
Quadro 3.1 - Classificação da indústria cerâmica (conclusão)	24
Quadro 3.2 - Classificação das placas cerâmicas conforme AA	26
Quadro 3.3 - Técnicas mais comuns de conformação de cerâmicas.....	37

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Classificação das placas cerâmica para revestimento ANFACER (continua)	26
Tabela 3.1 - Classificação das placas cerâmica para revestimento ANFACER (conclusão)..	27
Tabela 4.1 - Composição dos Corpos de Prova.....	52
Tabela 4.2 - Rampas e patamares de queima das amostras	55
Tabela 5.1 - Composição química das matérias-primas	60
Tabela 5.2 - Retração Linear de Queima dos corpos sinterizados	63
Tabela 5.3 - Massa específica aparente dos corpos sinterizados.....	64
Tabela 5.4 - Porosidade Aparente dos corpos sinterizados	65
Tabela 5.5 - Absorção de água dos corpos sinterizados.....	67
Tabela 5.6 - Resistência à flexão dos corpos sinterizados	69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3Y-TZP = Cerâmica Policristalina de Zircônia Tetragonal Estabilizada por Óxido de Ítrio;

AA = Absorção de Água em porcentagem;

ABCERAM = Associação Brasileira de Cerâmica;

ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas;

ANFACER = Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos, Louças Sanitárias e Congêneres;

b = Base do corpo de prova, em mm;

CAT = Catalisador (Mistura de Tetracloreto de Titânio e Oxitricloreto de vanádio);

CFC = Cúbica de Face Centrada;

COCAT's = Co-catalisadores (Um de Cloreto de Dietilalumínio e outro de Etóxido de Dietilalumínio);

CP = Corpo de prova;

CP-0 = Corpo de prova com formulação sem resíduo (somente massa padrão);

CP-10 = Corpo de prova com formulação de massa padrão com 10% de resíduo;

CP-2 = Corpo de prova com formulação de massa padrão com 2% de resíduo;

CP-4 = Corpo de prova com formulação de massa padrão com 4% de resíduo;

CP-6 = Corpo de prova com formulação de massa padrão com 6% de resíduo;

CP-8 = Corpo de prova com formulação de massa padrão com 8% de resíduo;

Dap = Densidade Aparente;

DESAT's = Desativadores (uma a base de 2,4-Pentanodiona e outra formada por Ácido Caprílico Cáprico);

F = Força aplicada, em N;

FISPQ = Ficha de Informação de Segurança para Produtos Químicos;

FRX = Fluorescência de raios X;

h = Espessura do corpo de prova, em mm;

HC = Hexagonal Compacta;

ISO = International Organization for Standardization;

L = Distância entre apoios, em mm;

LCM = Laboratório de caracterização de materiais;

Lf = Comprimento Final, em mm;

Lo = Comprimento Inicial, em mm;

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

MAE = Moagem de Alta Energia

MEA = Massa Específica Aparente, em g/cm³;

MEV = Microscopia Eletrônica de Varredura;

Mi = Massa do corpo de prova totalmente imerso em água;

Mq = Massa Queimada Seca;

MRF = Módulo De Resistência à Flexão;

Mu = Massa do corpo de prova úmido (saturado de água);

NBR = Norma Brasileira Regulamentadora;

PA = Porosidade Aparente;

PF = Perda ao Fogo, em porcentagem;

RL = Retração Linear de Queima, em porcentagem;

SENB (*single edge notched beam*) = Método de ensaio de resistência mecânica e a tenacidade à fratura;

TRF = Tensão de Ruptura à Flexão;

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

α = Alfa

α -Al₂O₃ = Alfa-alumina;

γ = Gama

γ -Al₂O₃ = Gama-alumina (Alumina ativada);

δ = Delta;

θ = Teta;

κ = Capa;

χ = Qui;

RESUMO

Na perspectiva de preservação ambiental, diversos estudos com foco na utilização de resíduos sólidos têm sido desenvolvidos, principalmente na fabricação de produtos cerâmicos. Um dos rejeitos industriais que pode ser reaproveitado é a alumina ativada saturada. A γ -Al₂O₃ (alumina ativada) é uma das fases alotrópicas da alumina, cerâmica obtida principalmente a partir do beneficiamento da bauxita pelo processo Bayer de produção de alumínio. No processo de produção de materiais cerâmicos, a alumina pode participar na formação de uma fase vítrea do tipo sílico-aluminosa, associada a elementos alcalinos fundentes, e esta pode ser encontrada de forma predominante no final da queima, como mulita (3Al₂O₃.2SiO₂). O objetivo desta pesquisa é estudar os efeitos da adição do resíduo de alumina ativada, oriundo de processo pós-catalítico industrial, em massa cerâmica. A massa padrão para porcelanato foi doada por uma empresa ceramista localizada na Bahia, bem como o resíduo de alumina ativada, por uma indústria de polietileno do mesmo Estado. Os materiais foram submetidos a secagem em estufa a 110°C durante 24h, para posterior análise química (Fluorescência de Raios-X). As amostras com e sem resíduo foram confeccionadas com percentuais em peso de 0, 2, 4, 6, 8 e 10% de resíduo em relação à massa padrão, em uma matriz uniaxial de 60x20 mm, com aproximadamente 5mm de espessura, com pressão de compactação de aproximadamente 400Kg/cm². Posteriormente, elas foram sinterizadas com patamares intermediários de queima de 200, 400, 700, 900 e 1200°C por 2h e 57 min e resfriadas até ambiente (24°C). A seguir, as amostras foram caracterizadas por meio de ensaios físicos de retração linear de queima, porosidade aparente, absorção de água, massa específica aparente, tensão de ruptura à flexão e microscopia eletrônica de varredura. A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que o resíduo de alumina, dentro dos percentuais de incorporação na massa padrão estudados, não alterou de forma brusca as propriedades das amostras desenvolvidas quando comparadas aos corpos de prova sem resíduo, sendo que até a concentração de 2%, é possível obter um produto com percentuais adequados de absorção de água e tensão de resistência à flexão para fabricação de porcelanato, conforme a NBR ISO 13006, além de contribuir com a sustentabilidade ambiental pelo aproveitamento desse resíduo.

Palavras chaves: Reuso, Alumina ativada, Porcelanato, Massa padrão, Resíduo.

ABSTRACT

From the perspective of environmental preservation, several studies focusing on the use of solid waste have been developed, especially in the manufacture of ceramic products. One of the industrial rejects that can be reused is the saturated activated alumina. The γ -Al₂O₃ (activated alumina) is one of the allotropic phases of alumina, a ceramic obtained mainly from the beneficiation of bauxite by the Bayer aluminum production process. In the production process of ceramic materials, alumina can participate in the formation of a silico-aluminous glass phase associated with alkaline melting elements, and this can be found predominantly at the end of the firing, as mullite (3Al₂O₃.2SiO₂). The objective of this research is to study the effects of adding activated alumina residue from a post-catalytic industrial process to a ceramic mixture. The standard mass for porcelain tiles was donated by a ceramic company located in Bahia, as well as the activated alumina residue, by a polyethylene industry in the same state. The materials were dried in an oven at 110°C for 24 hours, for subsequent chemical analysis (X-Ray Fluorescence). The samples with and without residue were made with percentages by weight of 0, 2, 4, 6, 8 and 10% of residue in relation to the standard mass, in a 60x20 mm uniaxial matrix, approximately 5mm thick, with a compacting pressure of approximately 400Kg/cm². Subsequently, they were sintered at intermediate firing steps of 200, 400, 700, 900, and 1200°C for 2 h and 57 min and cooled to ambient (24°C). Next, the samples were characterized by means of physical tests for linear firing shrinkage, apparent porosity, water absorption, apparent specific mass, bending tensile strength, and scanning electron microscopy. From the results obtained, it was concluded that the alumina waste, within the percentage of incorporation in the standard mass studied, did not change abruptly the properties of the samples developed when compared to specimens without waste, and that up to a concentration of 2%, it is possible to obtain a product with adequate percentages of water absorption and bending strength tension for the manufacture of porcelain tiles, according to NBR ISO 13006, besides contributing to environmental sustainability by using this waste.

Keywords: Reuse, Activated Alumina, Porcelain tiles, Standard mass, Residue.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO.....	17
CAPÍTULO 2: OBJETIVOS.....	20
2.1 Objetivo Geral	20
2.2 Objetivos específicos:.....	20
CAPÍTULO 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
3.1 CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS	22
3.2 CLASSIFICAÇÃO DOS MATERIAIS CERÂMICOS.....	22
3.3 CERÂMICA DE REVESTIMENTO	24
3.3.1 Classificação.....	25
3.4 MATÉRIAS PRIMAS DAS CERÂMICAS DE REVESTIMENTO	27
3.4.1 Matérias-primas plásticas	28
3.4.2 Matérias-primas fundentes	31
3.4.3 Matérias-primas refratárias.....	33
3.5 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS	33
3.5.1 Preparação das matérias primas.....	34
3.5.2 Conformação	37
3.5.3 Secagem.....	38
3.5.4 Sinterização	39
3.6 PRINCIPAIS PROPRIEDADES DAS CERÂMICAS	41
3.7 ALUMINA	43
3.7.1 Alumina ativada.....	44
3.8 RESÍDUOS SÓLIDOS.....	45
3.8.1 Definição e classificação pela norma ABNT	46
3.8.2 Reaproveitamento de resíduos sólidos em materiais cerâmicos.....	47
3.8.3 Reaproveitamento de resíduos sólidos a base de alumina.....	47
3.8.4 Desafios do reaproveitamento de materiais cerâmicos	48
CAPÍTULO 4: MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1 MATERIAIS	51
4.2 MÉTODOS.....	51

4.2.1 Peneiramento do Resíduo de Alumina Ativada e Secagem das Matérias Primas.....	51
4.2.2 Caracterização Química (FRX) da Massa Padrão de Porcelanato e do Resíduo de Alumina Ativada	52
4.2.3 Preparação das Massas Cerâmicas	52
4.2.3.1 Formulação das Composições	52
4.2.3.2 Mistura e Homogeneização	53
4.2.4 Conformação dos Corpos de Prova	53
4.2.5 Secagem.....	54
4.2.6 Sinterização dos Corpos de Prova	54
4.2.7 Caracterização do Produto Final	55
4.2.7.1 Retração Linear	56
4.2.7.2 Absorção de Água	56
4.2.7.3 Porosidade Aparente.....	57
4.2.7.4 Massa Específica Aparente.....	57
4.2.7.5 Tensão de Ruptura à Flexão	58
4.2.7.6 Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	59
CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
5.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA (FRX) DAS MATÉRIAS-PRIMAS	60
5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS CORPOS-DE-PROVA	62
5.2.1 Retração Linear	63
5.2.2 Massa Específica Aparente.....	64
5.2.3 Porosidade Aparente.....	65
5.2.4 Absorção de Água	67
5.2.4 Tensão de Ruptura à Flexão (TRF)	68
5.2.6 Microestrutura dos Corpos-de-Prova Sinterizados.....	71
CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES	78
CAPÍTULO 7: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	81

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O termo cerâmica deriva da palavra de origem grega “*kéramos*”, cujo significado pode ser “terra queimada” ou “argila queimada”, justamente pelo fato de que o processo de fabricação dos artefatos produzidos a partir deste material envolve a preparação de argila com água, seguida de secagem, modelagem e submissão das peças já moldadas a altas temperaturas. Esse último processo, a “queima”, confere a esses produtos rigidez e resistência, devido a fusão de certos componentes da massa.

Entretanto, com o aumento das pesquisas relacionadas aos mais variados empregos das cerâmicas, desde aplicações mais usuais até as mais avançadas, essa definição do passado se tornou de certa forma genérica. Isso se deve ao fato de existirem entre os materiais cerâmicos diferentes origens mineralógicas, composições químicas, métodos de moldagem, temperaturas de sinterização, bem como distintas propriedades e consequentes aplicabilidades para os mesmos. De uma forma geral, as mais diversas pesquisas científicas relacionadas a esta área costumam classificar as cerâmicas, de acordo com as suas aplicabilidades, em cerâmicas tradicionais e avançadas.

Com o mercado se tornando cada vez mais competitivo e novas tecnologias voltadas para as mais diversas aplicações surgindo, os pesquisadores têm enfrentado desafios relacionados a obtenção de materiais que atendam às demandas de propriedades e características específicas para essas novas invenções. Nesse contexto, houve nas últimas décadas um maior interesse na engenharia pelo desenvolvimento de materiais cerâmicos nas mais diversas áreas, como materiais cerâmicos inovadores, chamados cerâmicas avançadas ou de engenharia (MATENCIO, 2020). Isso porque a cerâmica tem algumas características que lhes são únicas, não encontradas em metais ou outros sólidos, tais como alto ponto de fusão, boa inertização química, fragilidade, estabilidade em alta temperatura, calor e capacidade de isolamento elétrico (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976).

Nesse contexto, o óxido de alumínio Al_2O_3 ou alumina, como é mais comumente conhecida, apresenta-se como um material cerâmico muito abundante na natureza, com propriedades que a tornam muito atraente para diversas utilidades em engenharia, como estabilidade química e térmica, resistência térmica e elétrica relativamente boas, além características isolantes (AUERKARI, 1996). Uma das aplicações mais recorrentes desse tipo de cerâmica é a alumina ativada, também conhecida como gama alumina, obtida através da calcinação da boemita, $(AlO)OH$, que quando na forma sintética e cristalina é chamada de

pseudoboemita. A alumina ativada é geralmente um composto de alta área específica (250 - 300m²/g), o que faz com que seja um adsorvente poroso e com grande afinidade pela água, podendo também ser usada na desidratação ou secagem de gases e líquidos e em aplicações específicas para a remoção de contaminantes em correntes líquidas (OLIVEIRA; JUNIOR, 2016). A alumina ativada é, portanto, um material adsorvente com capacidade de remoção de metais pesados, tanto na área de tratamento de água (GEORGE; PANDIT; GUPTA, 2010), quanto na indústria em geral (DIAO *et al.*, 2018).

Por outro lado, apesar do surgimento de novas tecnologias e consequente demanda por materiais com propriedades nas quais as cerâmicas são as mais indicadas, a crescente preocupação com os impactos de sua exploração no meio ambiente e consecutivo descarte tem gerado na comunidade científica um maior interesse em pesquisas com foco em desenvolvimento sustentável, isto é, a capacidade que um sistema tem de se manter forte ou adaptar-se aos distúrbios, tendo como resultado a qualidade dessas atividades e interações entre sistemas humanos e ambientais, na qual a propriedade permanece a mesma ou aumenta no decorrer do tempo (FEIL; STRASBURG; SCHREIBER, 2016). Existem diversas atividades industriais cujos resíduos, tais como escória de alto forno, pó de mármore residual, lodo de tratamento de água e rejeitos de vidro, têm causado impactos ambientais, porém apresentam potencial de reuso na fabricação de cerâmicas (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976).

Então, nessa perspectiva de preservação ambiental, diversos estudos com foco na utilização de resíduos sólidos têm sido desenvolvidos, principalmente na fabricação de produtos cerâmicos. Como exemplo dessas pesquisas, é possível citar trabalhos como o estudo de recuperação de resíduos vítreos na formulação de cerâmica vermelha (INOCENTE *et al.*, 2018), bem como, a pesquisa de Fulgencio *et al.* (2018) acerca da incorporação de pó de concha de marisco em massa de porcelanato, e ainda uma avaliação da adição de resíduos de vidro sodo-cálcico e erva-mate em matriz cerâmica, desenvolvido por Scharnberg *et al.* (2019). Esses projetos demonstram a gama de oportunidades que há na indústria cerâmica no que se refere a atribuir valor a rejeitos das mais diversas atividades econômicas, que quando descartados inadequadamente, podem representar não só um problema ambiental, mas também de caráter social, tal como ocorreu no rompimento da barragem de rejeitos da mineradora brasileira Vale em Brumadinho (MG) que vitimou centenas de pessoas.

Um dos rejeitos industriais que pode ser reaproveitado é a alumina ativada saturada. Alguns trabalhos em que este material foi utilizado mostram seu potencial como mais um objeto de estudo enquanto resíduo para reaproveitamento. Jin-Feng, Wu e Chen (2012) pesquisaram a capacidade de reuso de resíduo de alumina ativada como material para adsorção de Benzeno.

Em um outro trabalho, Pokhara *et al.* (2019), pesquisaram o potencial da utilização do lodo de alumina ativada como substituto parcial de agregados miúdos na fabricação de tijolos. O desenvolvimento de pesquisas em materiais cerâmicos à base de alumina (Al_2O_3) vem apresentando uma crescente evolução nas últimas décadas, devido principalmente ao seu baixo custo e suas excelentes propriedades físicas e químicas (GONÇALVES; CASTRO JUNIOR; SALES, 2020).

Na produção de poliolefinas, devido a sua capacidade de adsorção, a alumina ativada é aproveitada para reter resíduos metálicos originários dos catalisadores, como por exemplo, titânio e vanádio, contaminantes da resina produzida. Porém essa alumina impregnada de metais pesados não é reaproveitada no processo (GARCIN; CARTIER; QUEMERE, 1994). O estudo da influência da incorporação do resíduo de alumina ativada, oriundo de processo pós-catalítico industrial, em massas cerâmicas, é uma inovação tecnológica que permite a geração de patente, pois, até o momento, não foi encontrada nenhuma pesquisa no meio acadêmico acerca do aproveitamento desse resíduo associado a essa finalidade.

Neste sentido, este trabalho objetivou avaliar como o resíduo de alumina ativada, obtido a partir de um processo de produção de poliolefinas, influenciou as propriedades de uma massa cerâmica, empregada na fabricação de porcelanato.

CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar os efeitos da adição do resíduo de alumina ativada, oriundo de processo pós-catalítico industrial, em massa cerâmica aplicada na construção civil.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Caracterizar quimicamente a massa cerâmica e o resíduo da alumina ativada oriundo de uma indústria de produção de polietileno através de Fluorescência de raios-X (FRX);
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas dos corpos de provas em diferentes formulações através de ensaios normatizados;
- Comparar as propriedades obtidas através de gráficos e compará-las com as normas NBR ISO 13006/20 e NBR ISO 10545/17, bem como com a classificação comercial de acordo com a ANFACER;
- Determinar qual percentual de resíduo incorporado na formulação da massa padrão atende satisfatoriamente às normas vigentes.

CAPÍTULO 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Descobertas arqueológicas pré-históricas, como utensílios domésticos e estruturais, revelam que desde o domínio do fogo, a habilidade do uso da cerâmica foi um fator determinante na história dos processos de produção humana, pois a sua extrema utilidade e versatilidade fez o homem primitivo evoluir em suas práticas de caça, defesa, armazenamento de grãos, alimentos e bebidas.

Apesar de não poder ser datada, acredita-se que o desenvolvimento de materiais cerâmicos aconteceu de forma acidental, pois após o homem conseguir dominar o fogo e perceber que a terra próxima as fogueiras endureciam, foi iniciado um processo de elaboração de técnicas de confecção de artefatos que permitiram ao ser humano armazenar e cozinhar os alimentos, produzir artefatos religiosos e artísticos (SCHMITT; AVELLO, 2013). Com isso, distintas sociedades que existiram antes de Cristo se desenvolveram e se especializaram como os mais antigos centros de produção cerâmica, como por exemplo a Grécia e a Babilônia, onde se utilizavam tijolos cozidos na fabricação de artigos de cozinha e construção, como telhas, revestimentos e muros de proteção (SILVA; ANDRADE, 2016).

Além dessas utilidades, a utilização de argilas e cerâmicas possibilitaram ao ser humano o desenvolvimento da escrita. Isso porque o sistema de escrita cuneiforme desenvolvido pelos Sumérios, por volta de 3000 a.C., consistia em cunhar pictogramas com as mais diversas formas e significados em tábuas de argila, com o auxílio de um instrumento com formato pontiagudo semelhante a um estilete (HENRIQUE; WEBER, 2020).

No Brasil, além do estado do Pará, onde a arte marajoara cerâmica evidencia a avançada cultura indígena dos primórdios da Ilha de Marajó, achados na região amazônica indicam a existência de uma cerâmica simples, por volta de cinco mil anos atrás (CARNAÚBA, 2018).

Avançando na história, a popularização de produtos desenvolvidos a partir de materiais cerâmicos aconteceu mais recentemente, após a Segunda Guerra Mundial, pois foram incrementadas novas tecnologias que permitiram a produção em massa desses produtos com um menor custo. Consequentemente, foi visto um maior investimento e incentivo em pesquisas científicas, com vistas no aprimoramento e na melhoria da qualidade do produto final (SASSAKI, 2017).

As cerâmicas estão presentes na vida humana na forma de diversos produtos, tais como materiais de construção (cimento, tijolos, revestimento de piso e parede), diversos tipos de louça e outros tipos de artefatos comumente encontrados no dia a dia. Além dessas aplicações mais

genéricas, devido ao desenvolvimento tecnológico vivenciado na metade do século passado, novas técnicas de elaboração e caracterização de materiais cerâmicos tornaram possível a concepção de cerâmicas mais inovadoras, com aplicações de alta tecnologia. Essas aplicações vão desde as biocerâmicas da área de saúde, as eletrocerâmicas e cerâmicas óticas da área da eletrônica, até aquelas encontradas na conversão e estocagem de energia, a exemplo de eletrodos, selantes e interconectores (MATENCIO, 2020).

3.1 CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

Materiais cerâmicos são compostos constituídos majoritariamente por elementos metálicos e não metálicos, cuja maioria são os óxidos, nitretos e carbetos, com ligações interatômicas que vão desde puramente iônica ou covalente, ou uma combinação dessas últimas. As aplicações mais comuns dessa classe de materiais são formadas, por exemplo, por óxido de alumínio (ou alumina, Al_2O_3), dióxido de silício (ou sílica, SiO_2), carbetos de silício (SiC) etc (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2012).

Barga, Fabbro e Reis (2016), definem cerâmicas como todos os materiais cujo processo de produção é baseado na queima, sendo empregados em diversas atividades econômicas, tendo como composição elementos metálicos ou não-metálicos, com uma estrutura cristalina ou amorfa.

3.2 CLASSIFICAÇÃO DOS MATERIAIS CERÂMICOS

As cerâmicas estão classificadas em duas categorias: as cerâmicas tradicionais, cujos produtos são de aplicação doméstica ou na construção civil, como louça de mesa ou sanitária, tijolos, telhas, tubos, pisos e azulejos; e na segunda categoria estão as cerâmicas técnicas, oriundas de matérias-primas sintéticas ou beneficiadas industrialmente até atingir um alto grau de pureza (tipicamente $> 98\%$), com produtos caracterizados por suas funções ou propriedades específicas, tais como elétricas, magnéticas, nucleares, ópticas, mecânicas, térmicas, químicas, e/ou biológicas (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

As cerâmicas tradicionais de base argilosa, que compreende todos os hidrossilicatos de alumínio e outros óxidos metálicos tais como Al_2O_3 , CaO , K_2O ou MgO , abrangem, por sua vez, os segmentos de cerâmica queima vermelha ou estrutural e a cerâmica queima branca (SANTOS, 2013).

As cerâmicas de queima vermelha ou estruturais tem esse nome devido a sua coloração, cuja causa está associada a um dos seus principais constituintes: a argila. Este material, que é uma rocha finamente dividida, costuma apresentar coloração avermelhada após o processo de queima em baixas temperaturas (geralmente 800 a 950°C), ainda de acordo com Santos (2013). As aplicações da cerâmica vermelha vão desde blocos de vedação e estruturais, telhas, tijolos maciços, até lajotas e tubos, bem como outros produtos tais como objetos ornamentais e utensílios domésticos.

As cerâmicas de queima branca, tal como o nome sugere, adquirem uma coloração branca após seu processo de queima em função dos seus constituintes (argila plástica, caulim, quartzo e feldspato), com elevados graus de pureza. Devido às suas propriedades tal como alta temperatura de fusão, estabilidade térmica à grande variação de temperatura, elevada resistência mecânica e ótima resistência a ataques químicos, apresentam possibilidades de emprego em diversos segmentos, como porcelana doméstica (pratos, jogo de xícaras), porcelana elétrica (isoladores elétricos para componentes eletroeletrônicos) e porcelana técnica (para fins que necessitam de resistência a ataque químico) (GONÇALVES, 2015).

As cerâmicas técnicas ou avançadas, cujas propriedades químicas, físicas e mecânicas são muito superiores às tradicionais, não possuem silicatos em sua composição, mas podem ser constituídas de pós sintéticos de óxidos, de nitretos, de carbonetos, de carbetos, de boretos, etc. Se destacam por possuírem alta dureza, biocompatibilidade, altas resistências térmica, mecânica, ao desgaste e à corrosão, entre outras propriedades (MATENCIO, 2020).

A fim de um melhor entendimento acerca de como estão classificados os produtos cerâmicos, o Quadro 3.1 mostra como está tradicionalmente distribuída a indústria cerâmica, em relação aos materiais produzidos:

Quadro 3.1 - Classificação da indústria cerâmica (continua)

SETOR CERÂMICO	PRODUTOS
Cerâmica Vermelha ou Estrutural	Compreende os materiais de coloração avermelhada que são utilizados na construção civil - tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes.
Revestimentos	Abrange materiais cujos formatos de placas são empregados na construção civil para revestimento em ambientes internos e externos - paredes, pisos, bancadas e piscinas, pastilha, porcelanato, grês, piso etc.

Quadro 3.1 - Classificação da indústria cerâmica (conclusão)

Cerâmica Branca	Materiais compostos tradicionalmente por um corpo branco ou claro e, em geral, recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor e que são agrupados pela cor clara da massa, como louças sanitárias, louças de mesa, isoladores elétricos, cerâmica artística etc.
Materiais Refratários	Os materiais refratários que têm como finalidade suportar temperaturas elevadas nas condições específicas de processo e de operação dos equipamentos industriais, que em geral envolvem esforços mecânicos, ataques químicos, variações bruscas de temperatura, entre outras.
Isolantes Térmicos	Refratários isolantes; isolantes térmicos não refratários, compreendendo produtos como vermiculita expandida, lã de vidro e lã de rocha, fibras ou lãs cerâmicas que podem chegar a temperaturas de 2.000 °C ou mais durante a utilização.
Fritas e Corantes	Frita (ou vidrado fritado) é um vidro moído, desenvolvido por indústrias especializadas a partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. Corantes são constituídos de óxidos puros ou misturas de pigmentos inorgânicos sintéticos, sendo utilizados como aditivos aos vidrados e corpos cerâmicos.
Abrasivos	Por utilizarem matérias-primas e processos semelhantes aos da cerâmica, a indústria de abrasivos é um dos segmentos da indústria cerâmica, tendo como os mais conhecidos produtos o óxido de alumínio eletrofundido e o carbetto de silício.
Vidro, Cimento e Cal	Três importantes segmentos cerâmicos que são muitas vezes considerados à parte da cerâmica, devido suas particularidades.
Cerâmica Avançada	Materiais desenvolvidos por meio de processos rigorosamente controlados, a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza, como peças para indústria de eletroeletrônicos, magnéticos, ópticos, químicos, térmicos, mecânicos, biológicos e nucleares.

Fonte: Elaborada pelo autor. Fonte: (Associação Brasileira de Cerâmica – ABCERAM, 2022)

3.3 CERÂMICA DE REVESTIMENTO (TIPOS E CLASSIFICAÇÃO SEGUNDO A NORMA)

Conforme definição da Tabela 2.1, placas cerâmicas são materiais cerâmicos para revestimento paredes e/ou pisos em ambientes internos e externos. São constituídas por três camadas sobrepostas (vide Figura 1): uma inferior, denominada suporte (ou biscoito); uma camada central chamada de engobe, que tem variadas funções como atenuar as diferenças físico-químicas entre as outras camadas, opacificar o suporte cerâmico e diminuir a quantidade

de defeitos; e uma camada superior vítrea chamada de esmalte, que além de proteger as demais, impermeabiliza e ornamenta a face superior do revestimento cerâmico (CARNAÚBA, 2018).

Figura 1 - Ilustração das camadas do revestimento cerâmico



Fonte: O autor.

Ainda de acordo a ABNT NBR ISO 13006 (ABNT, 2020), as placas cerâmicas de revestimento são materiais constituídos de argila e outras matérias-primas inorgânicas, sendo geralmente utilizadas para revestir pisos e paredes, sendo conformadas por extrusão ou prensagem, além de outros processos. Após a conformação, são secadas e queimadas à temperatura de sinterização, podendo em seguida ser esmaltadas ou não. São materiais incombustíveis e não são afetados pela luz.

3.3.1 Classificação

As placas cerâmicas são classificadas de forma majoritária, de acordo com as normas ABNT NBR ISO 13006 de 12/2020 (ABNT, 2020) e ABNT NBR ISO 10545 (ABNT, 2017), segundo os seguintes critérios:

- a) Métodos de fabricação: extrudado (A), prensado (B), outros (C);
- b) Quanto à capacidade de absorção de água;
- c) Dimensões nominal e de trabalho;
- d) Natureza da superfície, isto é, esmaltada (GL) ou não esmaltada (UGL);
- e) Resistência à abrasão.

O Quadro 3.2 apresenta uma classificação genérica (adaptada) da norma ABNT NBR ISO 13006/2020 (ABNT, 2020) e ABNT NBR ISO 10545-3:2020 (ABNT, 2020), que leva em consideração a absorção de água (AA) para diferentes tipos de conformação:

Quadro 3.2 - Classificação das placas cerâmicas conforme AA

	Grupo I (AA ≤ 3%)		Grupo II (3% ≤ AA ≤ 10%)		Grupo III AA > 10%
MÉTODOS DE FABRICAÇÃO	AA ≤ 0,5% (a)	0,5 < AA ≤ 3% (b)	3 < AA ≤ 6% (a)	6 < AA ≤ 10% (b)	AA > 10%
EXTRUDADO (A)	Grupo AIa	Grupo AIb	Grupo AIIa ₁	Grupo AIIb ₁	Grupo AIII
			Grupo AIIa ₂	Grupo AIIb ₂	
PRENSADO A SECO (B)	Grupo BIa	Grupo BIb	Grupo BIIa	Grupo BIIb	Grupo BIII
OUTROS PROCESSOS (C)	Grupo CI		Grupo CII		Grupo CIII

Fonte: Elaborado pelo autor. Fonte: (ABNT, 2020; ABNT, 2020)

A Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos, Louças Sanitárias e Congêneres – ANFACER (ANFACER, 2017). utiliza o mesmo critério, a absorção de água e módulo de resistência à flexão (MRF), para adotar a avaliação dos produtos conforme sua classificação comercial, conforme Tabela 3.1:

Tabela 3.1 - Classificação das placas cerâmica para revestimento ANFACER (continua)

Classe Comercial	Classe Técnica	Absorção de água (%)	MRF (MPa)
Porcelanato	AIa	< 0,5	28
	BIa		35
Grês	AIb	0,5 < AA ≤ 3,0	23
	BIb		30

Tabela 3.1 - Classificação das placas cerâmica para revestimento ANFACER (conclusão)

	AIIa ₁		20
Semi-Grês	AIIa ₂	$3,0 < AA \leq 6,0$	13
	BIIa		22
	AIIb ₁		17,5
Semi-poroso	AIIb ₂	$6,0 < AA \leq 10,0$	9
	BIIb		18
	AIII		8
Poroso		$>10,0$	
	BIII		-

Fonte: Elaborado pelo autor: Fonte: (ANFACER, 2017; ABNT, 2020).

Nesse contexto, o enfoque desta pesquisa será a classificação das placas cerâmicas de acordo com o grau de absorção de água, utilizando o método de fabricação de conformação por prensagem a seco (B), com acabamento não esmaltado.

3.4 MATÉRIAS PRIMAS DAS CERÂMICAS DE REVESTIMENTO

Como já apresentado anteriormente, os materiais cerâmicos são em sua maioria compostos constituídos por elementos metálicos e não metálicos, os quais são em maioria são os óxidos, nitretos e carbetos, formando ligações interatômicas puramente iônica ou covalente, ou uma combinação dessas. Esses principais constituintes das cerâmicas são, de acordo com Barboza *et al.* (2020), expressos na forma de óxidos como a sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), óxido de cálcio (CaO) e os óxidos alcalinos (Na_2O , K_2O).

Aquino (2015), classifica as matérias-primas cerâmicas em: plásticas (argilosas), que conferem plasticidade a massa e são essenciais na fase de conformação; e não plásticas (complementares), que atuam nas fases de conformação e secagem, diminuindo a retração das peças e favorecendo a secagem, além de terem papel importante na fase do processamento térmico, controlando as transformações, deformações e a sinterização.

Segundo Silva *et al.* (2016), a plasticidade é teoricamente definida como a propriedade que um material apresenta de se deformar pela aplicação de uma força e manter essa

deformação após a retirada dessa força. Quando se trata de argila na presença de água, essa propriedade é influenciada pela granulometria das partículas, pela força de atração entre as partículas de argilominerais, além da presença de matéria orgânica e da ação lubrificante da água, que facilita o deslizamento das placas dos argilominerais umas sobre as outras à medida que uma tensão é aplicada (CROZETTA *et al.*, 2016).

De forma simplificada, as massas cerâmicas para revestimentos em geral e em aplicações tradicionais (como sanitária e de mesa), são referidas como triaxiais, pelo fato de serem constituídas por três grupos distintos de matérias-primas com características intrínsecas diferentes: plásticas, fundentes e refratárias (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

3.4.1 Matérias-primas plásticas

Em relação a revestimentos cerâmicos, as matérias-primas plásticas são basicamente constituídas por argilas, tais como as pertencentes aos grupos das caulinitas, montmorilonitas e illitas (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

Dentre as muitas definições para argila que existem, material que é muito abundante na crosta terrestre, o Serviço Geológico do Brasil – CPRM (BRASIL, 2014) designa argila como um sedimento constituído por partículas de granulometria abaixo de 1/256 milímetros (4 micrômetros) de diâmetro, podendo ser formado por apenas um mineral argiloso ou mistura deles (a maioria das argilas são encontradas como mistura de vários minerais). Esses argilominerais são silicatos de Al, Fe e Mg hidratados, que devido a sua estrutura cristalina formada por camadas (lâminas de SiO_4) são conhecidos como filossilicatos. Vale ressaltar ainda que, de acordo com Matos *et al* (2014), a argila pode apresentar impureza tais como partículas de quartzo, pirita, mica, calcita, dolomita e outros minerais residuais e alguns minerais amorfos, além de matéria orgânica, que variam em teor e espécie, de acordo com o tipo de argila e depósito.

Tal como destacado acima, Machado (2012) escreve que é raro encontrar argilas puras, com apenas um tipo de material argiloso. Frequentemente na natureza existem argilas formadas pela mistura de vários materiais argilosos, onde há predominância de alguns minerais em relação aos outros. A sílica forma normalmente, do total da matéria-prima, de 40 a 80%, sendo que uma grande quantidade de areia e sílica não combinada deve ser, às vezes, adicionada para diminuir a retração na queima e aumentar a refratariedade (apesar de ser indesejável). A alumina aparece também com teores de 10 a 40%, enquanto o óxido férrico, que influencia na coloração do produto após a queima e tende a diminuir o ponto de fusão da argila, não

ultrapassa, geralmente, 7%. A cal costuma apresentar um teor abaixo de 10%, e o hidróxido de magnésio não ultrapassa 1%. O teor de álcalis é da ordem de 10%.

Devido às suas diferentes composições químicas e estruturas cristalinas, os argilominerais são divididos em 7 grupos conforme a semelhança de suas estruturas cristalinas, de acordo com Soares e Borba (2017):

- a) Da Caulinita, das quais fazem parte o grupo da diquita, nacrita, haloisita e a própria caulinita. Se caracterizam por não se expandirem na presença de água, devido ao fato de a energia de hidratação ser menor do que a energia de coesão entre os cristais, ou seja, praticamente não admite água intercrystalina. A haloisita é uma exceção, por conter água interlamelar, que pode ser expulsa de maneira irreversível quando aquecida;
- b) Da Esmectita, constituído por esmectita, beidelita, montronita, volconscóita, saponita, dentre outros minerais. Se diferem dos outros argilominerais pelo fato de serem os que mais sofrem expansão quando em contato com água ou em ambiente úmido, devido ao fato de haver presença de cátions trocáveis na sua estrutura química;
- c) Da Illita, que ocorre na natureza como mistura de outros argilominerais e é considerada parte dos minerais denominados micas hidratadas. Se diferem pelo fato de apresentarem baixo inchamento em contato com água;
- d) Das Cloritas, que assim como a illita, estão sempre misturadas ou associadas a outros argilominerais;
- e) Da Vermiculita, que por ter estrutura semelhante à clorita e esmectita, permite a presença de água interlamelar, consequentemente possibilitando esse argilomineral se expandir, mas de forma limitada;
- f) Da Paligorsquita, representante dos argilominerais fibrosos, que tem ampla aplicação como argila usada na formulação dos fluidos de perfuração a base de água salgada;
- g) Dos Evaporitos, que são rochas sedimentares encontradas em estado sólido que se deformam, apresentando comportamento plástico, quando submetida a grandes diferenças de pressão (litostática x pressão do poço).

Alguns destes argilominerais são empregados como argilas industriais, tais como caulinita (caulim), mica (illita), serpentina, diatomita, esmectitas (montmorilonita, saponita, bentonita), pylofilite (talco), sepiolita e vermiculita (BRETZKE, 2022).

Segundo a ABCERAM (Associação Brasileira de Cerâmica – ABCERAM, 2022), geralmente, na fabricação dos produtos de cerâmica vermelha, as argilas que são mais apropriadas são constituídas por argilominerais ilita, de camadas mistas ilita-montmorilonita e clorita-montmorilonita, bem como de caulinita, pequenos teores de montmorilonita e compostos de ferro. Na produção de materiais refratários as argilas empregadas são essencialmente caulínicas, mas tendo de apresentar baixos teores de compostos alcalinos, alcalinos-terrosos e de ferro, podendo conter ainda em alguns tipos a gibbsita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Para a fabricação de peças de cerâmica branca, as argilas utilizadas são semelhantes às empregadas na indústria de refratários, porém em algumas aplicações a presença de ferro (em forma de óxido) apresenta maior restrição, além da gibbsita. Em relação a fabricação de materiais de revestimento, as argilas aplicadas são semelhantes àquelas utilizadas na produção de cerâmica vermelha, cerâmica branca e nas de materiais refratários.

Ao analisar uma das propriedades mais importantes da argila, a plasticidade, alguns parâmetros influenciam na diferença dessa propriedade entre os tipos de argilas existentes. Um desses parâmetros é o tipo de formação geológica da região onde a argila é encontrada, onde, por influência do intemperismo, algumas argilas possuem maior plasticidade do que outras, pois alguns materiais intersticiais podem ser preservados dos efeitos da erosão. Outro parâmetro importante que pode alterar a plasticidade é a composição mineralógica dos argilominerais, devido a fração e os tipos de minerais de argila (MACEDO *et al.*, 2011; BARRETO *et al.*, 2017). A granulometria dos argilominerais influencia o comportamento destes materiais frente à plasticidade, modificando a resposta das argilas à extrusão. Por fim, a presença de substâncias orgânicas nas argilas promove melhoria na plasticidade das argilas, pois os ácidos húmicos agem como coloide protetor hidrofílico das partículas de argilominerais (CALARESI *et al.*, 2014).

Por essa razão costuma-se chamar de “argila gorda” aquela que é caracterizada pela alta plasticidade, granulometria fina e composição essencialmente de argilominerais. Por outro lado, a “argila magra”, que é rica em quartzo e menos plástica, que pode ser caracterizada como um material redutor de plasticidade e que permite a drenagem adequada das peças nos processos de secagem e queima (CABRAL *et al.*, 2019).

A resistência mecânica a verde (argila antes da queima), necessária durante o transporte das peças cerâmicas nas etapas antecedentes a entrada nos fornos (tal como a etapa de decoração das peças esmaltadas), sofre influência da característica plástica dos materiais argilominerais, de acordo com Cruz, Pedrassani e Bragança (2022).

Biffi (2002) destaca que além da plasticidade, as argilas devem possuir características que confira as massas cerâmicas propriedades reológicas que facilitem a fluidez; possuam características fundentes que promovam uma boa densidade de queima; confira ótimas qualidades mecânicas nos produtos após a queima. Ainda segundo o mesmo autor, a fim de atender aos atributos outrora citados, é comum misturar argilas de diferentes naturezas entre si, como a mistura de argilas pouco plásticas (ricas em caulinita) e argilas plásticas (mais ricas em illita e montmorilonita).

3.4.2 Matérias-primas fundentes

Pelo fato de existirem vazios entre as partículas, vazios estes que a etapa de prensagem não é capaz de impedir que se formem na microestrutura dos materiais cerâmicos, há uma necessidade de que o preenchimento destes espaços (identificados também como poros) seja executado através de um constituinte da massa cerâmica que, durante o processo de queima, esteja no estado líquido. Os fundentes, como são chamados esses materiais na indústria cerâmica, possibilitam a formação dessa fase líquida necessária durante a queima e são introduzidos com o objetivo de reduzir a temperatura de consolidação do corpo cerâmico, sendo imprescindíveis para a produção de materiais cerâmicos com microestrutura de porosidade inferior a 0,5% (SILVA *et al.*, 2019).

Esse constituinte, localizados na tabela periódica na família dos metais alcalinos e alcalinos terrosos, deve possuir baixa viscosidade a fim de penetrar nos capilares e dissolver os grãos refratários maiores que não reagiram, como o quartzo. O preenchimento dos poros (processo de vitrificação) está em função do volume da fase líquida formada e da viscosidade, que dependem da composição química, mineralógica (exceto a viscosidade) e da temperatura de sinterização (PEREZ, 2008).

Dentre todos os tipos de materiais fundentes existentes, os mais utilizados na formulação de massas cerâmicas são matérias-primas ricas em Na_2O e K_2O , que promovem a formação de fase líquida, permitindo o preenchimento dos poros da massa cerâmica, com consequente redução da absorção de água (BARBOSA; MARQUES; GUIMARÃES, 2018).

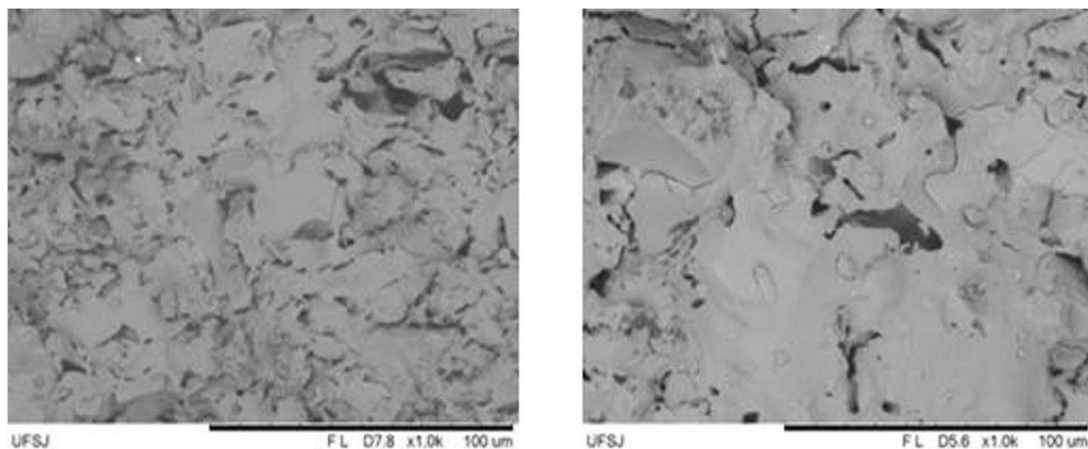
O Feldspato é um dos tipos de fundentes ricos em óxidos Na_2O e K_2O e confere baixa porosidade aos materiais cerâmicos, elevando a resistência mecânica, de acordo com Cruz *et al.* (2018). Podem ser definidos como silico-aluminatos de metais alcalinos e alcalinos terrosos, sendo classificados em três tipos, do ponto de vista químico (ARAÚJO, 2019):

- a) feldspato potássico, (KSi_3O_8), também conhecido como ortoclásio;
- b) feldspato sódico, ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), albita;
- c) feldspato calcítico, ($\text{CaAlSi}_2\text{O}_8$), anortita.

Araújo (2019) ainda destaca que dentre os tipos de feldspatos acima, os feldspatos do tipo potássico e sódico são os mais utilizados, enquanto os outros dois são menos recorrentes.

A Figura 2 apresenta a influência da concentração de fundente na formação da fase vítrea e na porosidade da microestrutura de cerâmica, como no trabalho de Oliveira (2012), no qual o autor investiga a influência do teor de feldspato espodumênio e albita na sinterização de uma massa cerâmica triaxial:

Figura 2 - Micrografia de amostras sinterizadas a 1280°C contendo, respectivamente, 15g e 30g de feldspato sódico



Fonte: (OLIVEIRA, 2012)

Outros três fundentes que também são utilizados como substitutos do feldspato são o talco, a dolomita e a nefelina sienito. O Talco, um filossilicato de magnésio ($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), quando empregado em quantidades variáveis de até 4% em massas cerâmicas, melhora a resistência a manchas e o aumento do módulo de ruptura à flexão. Já a dolomita $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ e a nefelina sienito $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, fundentes enérgicos, quando utilizados em pequenas quantidades (da ordem de 2-3% e 3-5%, respectivamente), favorecem a diminuição da temperatura de sinterização (BIFFI, 2002).

3.4.3 Matérias-primas refratárias

Tradicionalmente, na fabricação das cerâmicas de revestimento, os quartzos e quartzitos são as principais matérias-primas refratárias empregadas (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

Quando há a necessidade de se equilibrar a relação entre SiO_2 e Al_2O_3 e favorecer a formação de mulita durante a queima, o quartzo, que é constituído de um mineral da classe dos silicatos com arranjo tetraédrico do tipo SiO_4 , é adicionado às massas cerâmicas de porcelanato, por exemplo. Em massas cerâmicas porosas, o quartzo também é incorporado, tornando-as menos plásticas, beneficiando o desprendimento de substâncias gasosas e a perda de água (BIFFI, 2002).

Além de favorecer as propriedades mecânicas das peças ao atuar no preenchimento, o quartzo tem papel tanto na redução da retração, quanto no controle da dilatação e na distorção da peça (SOUZA *et al.*, 2019).

3.5 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS

As características de corpos cerâmicos são decorrentes de sua composição química e do processo de fabricação da cerâmica que lhe deu origem, como temperatura de queima, quantidade de determinados componentes e tamanho médio de grãos utilizados na fabricação, como detalhado no trabalho de Livramento *et al* (2017).

Devido a infinidade de aplicações dos materiais cerâmicos, como por exemplo refratários, alto forno de siderurgia, forno de pizza, lareira, a composição em massa cerâmica entre esses produtos será diferente, ou seja, a formulação irá depender do tipo das peças que serão desenvolvidas, da técnica de conformação a ser utilizada, do tipo de queima e das características do produto final.

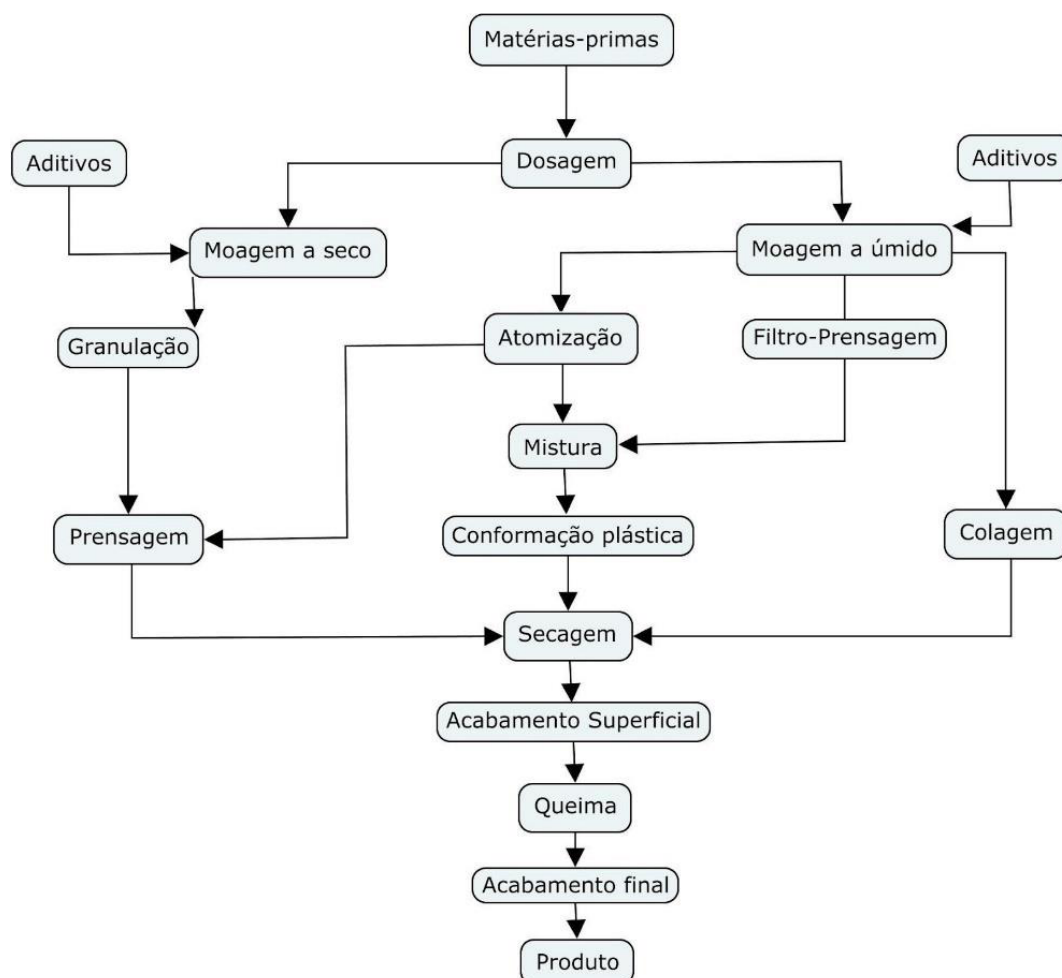
A importância de estudar devidamente as composições da mistura dos componentes de massas cerâmicas durante a etapa de preparação se dá pela influência desta nas propriedades do produto final e da sua aplicação, tal como observado no trabalho desenvolvido por Figueiredo *et al* (2018), que investigaram a influência da composição e das variáveis de processamento de formulações à base de argilas (uso em materiais refratários).

Geralmente, as etapas de preparação da matéria-prima e da massa da indústria cerâmica envolvem conformação (extrusão, prensagem ou compactação), tratamento térmico (secagem e queima) e acabamento final dependendo do tipo de produto. Entretanto, a depender do estado de agregação da matéria prima, na indústria cerâmica pode haver estágios como: desagregação,

moagem, umidificação, a fim de se realizar um beneficiamento das matérias-primas para que se chegue a uma granulometria desejada. Além disso, é comum haver mistura de dois ou mais tipos de matérias-primas com o objetivo de se obter uma boa composição para a fabricação dos produtos cerâmicos.

Para entender melhor as etapas do processo de fabricação da indústria de revestimentos cerâmicos, a Figura 3 apresenta um fluxograma genérico dos estágios da mesma:

Figura 3 - Esquema básico da fabricação de revestimentos



Fonte: (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

3.5.1 Preparação das matérias primas (Dosagem, Moagem, Umidificação e Atomização)

A etapa de preparação das matérias-primas é considerada uma das mais importantes da indústria de cerâmicas, pois a produtividade do processo e a qualidade dos produtos dependem da preparação, dentre outras etapas (AGUIAR *et al.*, 2022).

Dosagem

Nesta etapa do processo o objetivo é definir com critério a proporção das argilas e dos materiais constituintes a fim de que a massa possua um grupo de propriedades adequadas ao processo e ao produto que se quer fabricar. Araújo, Duarte e Prado (2019) concluíram em seu trabalho que a etapa de dosagem é um dos motivos de produtos disformes na indústria cerâmica.

De acordo com Carnaúba (2018), os fabricantes de revestimentos cerâmicos empregam, em sua maioria, massa constituídas por argilas vermelhas, desenvolvendo massas a partir de uma mistura de dois ou três tipos de argilas. Essas são utilizadas em proporções diferentes, a fim de que a massa tenha uma dosagem que atenda a inúmeros pré-requisitos nas diversas etapas do processo de produção.

Moagem

A moagem é uma importante etapa da preparação das massas cerâmicas, e ocorre tanto por via seca como via úmida (presença de água ou não), por um processo contínuo ou intermitente, embora a moagem descontínua e a úmida seja a mais comumente empregada na indústria cerâmica. O objetivo desse estágio é fragmentar e homogeneizar os constituintes da massa, de modo que a reatividade entre os mesmos aumente e a incidência de impurezas presentes nas matérias primas diminua (RIBEIRO; ABRANTES, 2001).

Em relação a escolha do tipo de meio de moagem, ou seja, por via seca ou via úmida, existem aspectos a serem considerados em relação às características da matéria-prima que será moída. Isso porque o rendimento da moagem é influenciado por aspectos como dimensão e forma inicial das partículas (impactando na dificuldade de obtenção de partículas menores), dureza e/ou dificuldade para desintegrar certos materiais, devido a resistência à abrasão, ao choque e à compressão, além de tendência à aglomeração (RIBEIRO; ABRANTES, 2001).

Na preparação das massas cerâmicas por via úmida a moagem e homogeneização das matérias-primas ocorre em moinhos de bolas em meio aquoso com defloculantes, e granuladas em atomizador (KAYACI *et al.*, 2017). Esse processo propicia a obtenção de uma mistura mais uniforme, melhor distribuição granulométrica e, após granulação (por atomização), melhor escoabilidade do pó, o que conseqüentemente melhora a prensabilidade (NANDI *et al.*, 2011).

O processo de fabricação via seca é indicado para argilas primárias, muito duras, ou contaminadas com outros materiais (como por exemplo calcita, gesso, piritas, materiais carbonáceos), que necessitam de uma redução acentuada e controlada do seu tamanho de grão.

Essa preparação envolve basicamente as etapas de desintegração (trituração) das matérias-primas, moagem fina, granulação (passagem do pó obtido por peneiras, visando eliminar grânulos muito grosseiros e/ou irregulares), e homogeneização. Esse processo se destaca devido aos menores custos de energéticos quando comparado ao processo via úmida (menos maquinário), bem como a utilização de insumos (menor utilização de água e eliminação do uso de defloculantes e aditivos). Mas vale ressaltar a necessidade de secagem prévia da matéria prima caso a umidade esteja maior que 12%, pois a mesma que interfere diretamente no rendimento desse processo, limitando o uso de argilas com maior umidade (diferente do processo via úmida) (Rio Grande do Sul, 2010).

Atomização

É uma das etapas do processo de fabricação de cerâmicas de revestimento por via úmida, onde a barbotina, produto obtido ao final do processo de moagem das matérias-primas, é desumidificada em um atomizador (também conhecido como “*spray-dryer*”) através da injeção da mesma a alta pressão (18 a 22atm) em uma câmara de secagem, entrando em contato com o ar aquecido a uma temperatura que varia de 500 a 600°C. Por meio dessa mudança brusca de temperatura (alto gradiente de temperatura entre o ar e a barbotina), ocorre uma evaporação instantânea da água, pois a combinação da elevada superfície específica das gotas com o movimento acelerado das partículas proporciona um elevado coeficiente de troca térmica (SOUSA, 2014). Com isso, obtém-se grânulos com um teor de umidade entre 5 e 7%, com características e propriedades adequadas para as operações subsequentes (RIBEIRO; ABRANTES, 2001).

É necessário um controle das variáveis dessa etapa, como umidade, fluidez e granulometria do pó atomizado, pois de acordo com Silva e Bernardin (2013), podem estar associados a essas variáveis os defeitos no produto final como: defeitos geométricos, diferenças de tamanho no produto final e possibilidade de uma maior compactação em algumas regiões da peça (que podem provocar furos no esmalte devido à dificuldade de liberação dos materiais orgânicos e carbonatos presentes nas matérias-primas da massa).

Pelo fato de a atomização ser um processo contínuo, o pó atomizado produzido segue através de esteiras transportadoras para silos de estocagem, permanecendo nos mesmos por pelo menos 24 horas com o objetivo de homogeneizar a umidade.

3.5.2 Conformação

Nesta etapa, essencial para o processo cerâmico, o material adquire a forma e as propriedades estruturais esperadas. Na conformação, a depender do tipo de técnica empregada em função do produto que se pretende fabricar, o controle das variáveis da máquina e da matéria prima têm grande influência nas características do produto acabado (CUSTÓDIO *et al.*, 2012).

As técnicas mais comuns de conformação que existem são mostradas no Quadro 3.3:

Quadro 3.3 - Técnicas mais comuns de conformação de cerâmicas

TÉCNICA	MECANISMO
Extrusão	Uma massa cerâmica plástica é forçada a passar por um bocal de um determinado formato, obtendo-se uma coluna extrudada, com seção transversal com o formato e dimensões desejados, que ao ser cortada dá origem a peças como tijolos vazados, blocos, tubos e outros produtos de formato regular.
Prensagem	Processo em que é necessário, sempre que possível, a utilização de massas granuladas e com baixo teor de umidade, através de prensas de fricção, hidráulica e hidráulica-mecânica, ou isostática. São obtidos materiais como revestimentos (placas cerâmicas) e louça de mesa.
Colagem	Compreende em verter uma suspensão (chamada de barbotina) em um molde de gesso, onde permanece durante um intervalo de tempo até que a água contida na suspensão seja absorvida pelo gesso; enquanto isso, as partículas sólidas vão se acomodando na superfície do molde, formando a parede da peça, mecanismo que dá forma ao produto obtido.

Fonte: Elaborado pelo autor. Fonte: (Associação Brasileira de Cerâmica – ABCERAM, 2022)

De acordo com Torres *et al.* (2018), os diferentes processos de modelagem de peças cerâmicas interferem diretamente na textura, nas propriedades mecânicas, encolhimento e microestrutura do material sinterizado.

De acordo com Borges (2014), em peças maiores que 0,5mm naquelas com relevo superficial na direção de compactação, é recomendada a prensagem por punção e matriz de metal duro (chamada também de prensagem a seco). Nesse processo, a pressão inicial é transmitida através dos grânulos, os quais sofrem deformação por escorregamento e rearranjo de suas partículas. Essa deformação causa a redução da porosidade intergranular, o que faz aumentar em número e área os contatos entre os grânulos, por meio de densificação.

Ainda de acordo com Borges (2014), na indústria são utilizadas pressões de compactação menores que 40MPa para cerâmica branca e revestimento e menores que 100MPa

para cerâmicas técnicas (absorção de água até 0,10%) de alta performance. Na produção de porcelanatos, por exemplo, a pressão de compactação deve estar entre 350 a 450Kg/cm², para que o adensamento das partículas permita, durante a queima, a oxidação das substâncias orgânicas e o afastamento dos gases que são gerados. Pressões de compactação superiores a 500Kg/cm² podem, em alguns casos, causar defeitos internos, conseqüentemente aumentando a porosidade do corpo queimado (BIFFI, 2002). Além disso, pressões de compactação no intervalo referido, permitem a obtenção de valores de densidade a verde de 1,95 a 2,00g/cm (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

3.5.3 Secagem

Compreende o processo de eliminação de água que foi utilizada na etapa de conformação, a fim de tornar a massa cerâmica plástica. A evaporação desta água se dá por meio de troca térmica, onde ocorrem vários fenômenos físicos (condução, convecção e radiação) que são responsáveis pela redução de umidade no material, como transferências de calor, massa e momento linear (ARAÚJO; DELGADO; LIMA, 2017) e variações dimensionais.

Dentre os processos de produção de cerâmicas, a secagem é uma das mais delicadas e complexas, além de ser a principal fonte de defeitos na maioria dos produtos cerâmicos. (KHALILI; BAGHERIAN; KHISHEH, 2014; BROSNAN; ROBINSON, 2003)

De acordo com Alves Jr (2016), o acompanhamento da evaporação da água de plasticidade durante a secagem é um importante parâmetro no controle da retração linear das peças de cerâmica. Isso porque essa água, que se localiza entre as partículas argilosas, gera tensões que podem levar ao surgimento de defeitos nas peças à medida que evapora, em consequência da rápida taxa de secagem, baixa permeabilidade do material cerâmico e da alta contração.

Segundo Biffi (2002), as retrações lineares esperadas para placas cerâmicas tipo porcelanato de cores únicas são de 8,5 a 9%, ao passo que para as demais o intervalo comum é de 7 a 8%. Deve-se observar, porém, que uma retração linear muito baixa é indício de que houve pouca densificação do corpo cerâmico, ocasionando menor redução da porosidade.

Outro fato observado na literatura é que o posicionamento da peça em relação ao fluxo de ar pode causar gradientes de contração diferenciados que podem levar ao empenamento no material (SILVA *et al.*, 2016)

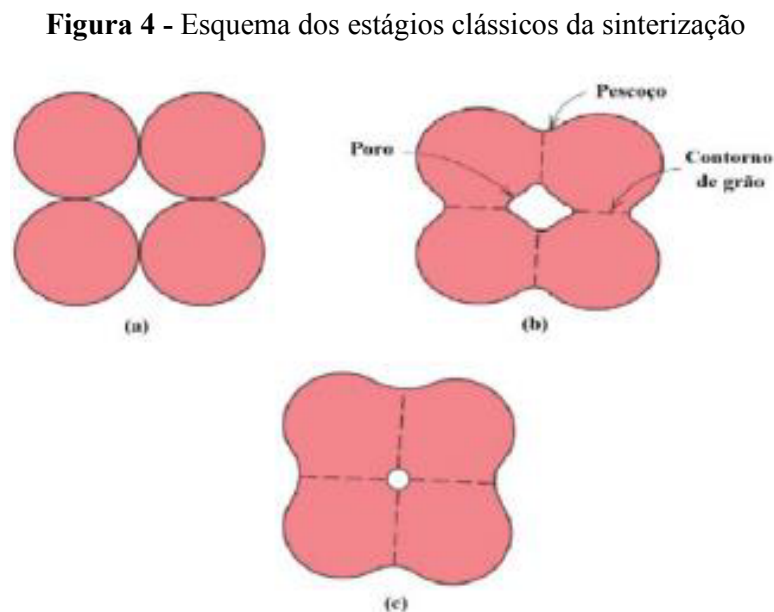
O processo de secagem da peça cerâmica conformada objetiva reduzir a umidade da mesma, que se encontra em torno de 5 a 6%, para valores inferiores a 0,5% ou até mesmo 0,1% (a depender do caso), a fim de evitar o aparecimento de trincas e bolhas nas superfícies do corpo cerâmico. Esses defeitos são oriundos da perda acelerada de água durante o processo de sinterização dos corpos a verde (PARANHOS, 2015).

3.5.4 Sinterização

As propriedades relacionadas a sinterização de peças cerâmicas estão ligadas a origem mineralógica e granulometria dos constituintes, matérias-primas, método de conformação, temperatura de sinterização, gradiente térmico e tipo de forno, além de parâmetros (TORRES *et al.*, 2018).

Na fase de queima (ou sinterização) ocorre uma série de transformações em função dos componentes da massa, como: perda de massa, desenvolvimento de novas fases cristalinas, formação de fase vítrea e soldagem dos grãos (sinterização).

A Figura 4 resume os estágios da transformação dos materiais que ocorre durante o processo de sinterização, onde pode-se ver em: (a) corpo verde, com grãos; em (b) início da formação de pescoço aproximação dos grãos; em(c) redução do tamanho de poros e aumento da densificação:



Fonte: (CALLISTER JR; RETHWISCH, 2012).

É durante a etapa da sinterização que fases importantes como a mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), uma fase cristalina formada durante a queima da massa cerâmica, surge quando o quartzo se dissolve parcialmente na fase líquida (OLIVEIRA, 2012). O produto sinterizado é composto de uma matriz vítrea (amorfa), cujos principais constituintes são dióxido de silício (60%), óxido de alumínio, óxido de sódio e óxido de potássio (ANDRADE *et al.*, 2017).

Durante a sinterização de porcelanatos, por exemplo, que acontece entre temperaturas de 1190 a 1230°C, sob alguns patamares de temperaturas, ocorrem alguns fenômenos na microestrutura dos corpos cerâmicos: entre as temperaturas de 250 a 300°C ocorre a liberação das oxidrilas dos hidróxidos; já entre as temperaturas 400 a 650°C, ocorre a eliminação da água da composição (ou da estrutura) dos diversos minerais argilosos. (SANTOS, 1989). Quando começa a ocorrer a sinterização, a partir dos 900 °C, reações entre os elementos constituintes das matérias-primas promove a formação de novas fases. No decorrer do aquecimento, a vitrificação das substâncias fundentes dá-se com a formação de fase líquida que, além de penetrar por capilaridade nos poros preenchendo-os ou isolando-os (promovendo uma maior densificação), permite melhor reatividade dos elementos durante a sinterização (OLIVEIRA, 2012). Além disso, essa formação de fase líquida promove uma maior retração nas cerâmicas, à medida que preenche os vazios do mesmo (aumento da densidade) (BERTOLDI, 2017).

Na temperatura de 980°C, metacaulinita aquecida se decompõe em espinélio Si-Al e os silicatos de alumínio amorfos produzem dois tipos de mulita a medida que a temperatura aumenta: a mulita primária a 1100°C; e a mulita secundária, a 1200°C, como mostrado no trabalho de Kaiser *et al* (2017). De acordo com Santos (2019), a mulita secundária (acicular) cresce a partir da estrutura da mulita primária (SCHULLER; BIANCHI; AGUIAR, 2008). Entretanto, Mörtel e Heimstadt (1994) observaram em um trabalho sobre sinterização de materiais cerâmicos que as reações de transformação do quartzo podem ser estabilizadas com a presença de metais pesados como Cd, Fe, V, Nb, Zr, Ti, etc.

De acordo com Escardino *et al.* (2002), uma elevada proporção de matérias-primas cristalinas leva à obtenção de corpos cerâmicos após queima mais porosos, pois durante a queima, a cristalização aumenta a viscosidade do sistema e impede uma densificação mais intensa do corpo cerâmico. Este fenômeno ocorre nas temperaturas nas quais ainda não foi eliminada a porosidade do corpo cerâmico, e o aumento da viscosidade decorrente da cristalização diminui o fluxo do fluido vítreo, dificultando o preenchimento dos poros. Outra consequência desse aumento de viscosidade é uma maior capacidade de aprisionar os gases liberados nas reações químicas durante a sinterização, favorecendo uma menor porosidade aparente (superficial) em relação a porosidade fechada (interna) (RANGEL *et al.*, 2015).

A taxa de aquecimento durante a sinterização é um importante fator para evitar o aparecimento de defeitos durante o processo de vitrificação. Um exemplo desses defeitos é a formação de trincas na microestrutura dos materiais, estudado por Vilardo, Silva e Miranda (2012), que observou a influência da taxa de aquecimento na formação de poros e trincas no trabalho sobre a preparação de eletrólitos por colagem de fita para aplicação em pilha a combustível de óxido.

As trincas podem ser resultantes também do processo de transformação alotrópica do quartzo, mudança cristalina do quartzo alfa para beta, que acontece com grande aumento de volume, de acordo com ABAJO (2000) e Emiliani e Corbara (2010).

3.6 PRINCIPAIS PROPRIEDADES DAS CERÂMICAS

De acordo com Callister Junior e Rethwisch (2012), as cerâmicas apresentam um comportamento mecânico rígido e resistentes, sendo equivalentes em valor aos metais, além de serem historicamente muito duras. Pesa contra esse material o fato de não serem dúcteis e altamente suscetíveis à fratura.

O fato de as cerâmicas possuírem também considerável resistência à corrosão e ao desgaste, possibilita as mesmas serem estudadas, por exemplo, como opção de melhoria das propriedades mecânicas nas pesquisas relacionadas à engenharia de superfícies, área que trata de novas técnicas de preparação e modificação das superfícies a fim de atender demandas específicas em determinadas aplicações (ARAÚJO; DIAS; GODOY, 2013).

Outras propriedades dos materiais cerâmicos como resistência à compressão, condutibilidade térmica, radiopacidade, integridade marginal, estabilidade de cor, biomimetismo, tornam estes muito úteis para a área odontológica, a título de exemplo, pois essas propriedades se assemelham aos tecidos dentais e tornam os materiais cerâmicos as principais alternativas de materiais restauradores para a estrutura dental, de acordo com Amoroso *et al.* (2012).

Por outro lado, as cerâmicas possuem uma reduzida tenacidade, que quando associada a dificuldade que esse material apresenta de fabricar peças de grande dimensão e formatos complexos, acaba limitando seu emprego em boa parte das aplicações com fins estruturais (MARÇAL; LOURO, 2016).

Devido essa conhecida fragilidade que esse material apresenta, diversos estudos objetivando medir essa propriedade, bem como melhorá-la, têm sido desenvolvidos a fim de possibilitar o uso materiais cerâmicos em mais aplicações. Wang e Atkinson (2015)

desenvolveram uma melhoria ao conhecido método SENB (*single edge notched beam*) de medição de tenacidade à fratura em cerâmicas, assim como Zang *et al.* (2014) promoveram melhorias nas propriedades de resistência a degradação hidrotérmica e de tenacidade à fratura da cerâmica 3Y-TZP (cerâmica policristalina de zircônia tetragonal estabilizada por óxido de ítrio).

Como já foi visto anteriormente acerca das classificações dos revestimentos cerâmicos, a absorção de água, a principal propriedade esperada no produto final dos mesmos, é uma característica que interfere diretamente nos principais critérios de aceitação dos produtos cerâmicos de revestimento. A absorção de água do material cerâmico sinterizado é um parâmetro que serve para medir a porosidade e avaliar a fundência do mesmo pois, quanto maior a porosidade de uma amostra, mais fácil será a sua penetração por líquidos e vapores. Geralmente, a penetração do líquido (em geral água) é acompanhada por um dano potencial na estrutura do material, além de interferir na estética (manchamento) do mesmo (SILVA; BLEICHVEL, 2020).

Do ponto de vista microscópico, a porosidade pode ser de dois tipos: fechada e aberta. A porosidade fechada, como diz o próprio nome, é interna ao suporte cerâmico ou abaixo da superfície (com valores variando aproximadamente 6 a 7% do total nos porcelanatos), Com poros de dimensões entre 1 e 10 μ m. Pode ser formada por: fechamento de poros abertos devido a evolução do ciclo térmico (vitrificação); pelo aprisionamento de ar existente no interior da estrutura cerâmica que não saiu durante a compactação; e principalmente, durante o desenvolvimento da sinterização, devido a formação de gases que ficam aprisionados na estrutura, oriundos de reações que ocorrem entre os componentes das massas cerâmicas (decomposição de minerais, oxidação de matéria orgânica) (PINHEIRO *et al.*, 2022; OLIVEIRA; HOTZA, 2015). De acordo com Beltran *et al.* (1996), esses gases causam o fenômeno conhecido como inchamento dos poros, que pode ser o responsável pelo crescimento do poro e pela diminuição da taxa de densificação que ocorre no estágio final da sinterização.

A porosidade aberta, ou aparente, é superficial, ocorrendo por exemplo durante processo de polimento, o qual remove aproximadamente de 0,5 a 1mm da camada superficial da placa cerâmica (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

A porosidade interfere também no módulo de elasticidade dos materiais cerâmicos, causando um decréscimo na elasticidade dos mesmos, tornando-os frágeis à medida que a porosidade diminui suas resistências mecânicas ao potencializar o surgimento de falhas no material (FONSECA *et al.*, 2016).

Um exemplo desses tipos de falhas são as trincas, pois de acordo com Fonseca *et al.* (2016), os poros atuam como concentradores de tensão, facilitando o início das trincas e com isso, uma possível fratura.

3.7 ALUMINA

A alumina é obtida em uma das etapas da produção do alumínio, metal que é produzido majoritariamente pela extração da bauxita. De acordo com o CPRM, a bauxita é uma rocha residual laterítica muito aluminosa, geralmente concrecionada, que ocorre em áreas de processo de aplainamento, bem drenadas, em clima úmido, sobre rochas aluminosas máficas, sieníticas, etc., cuja constituição é uma mistura de óxidos e hidróxidos de Al e Fe (BRASIL, 2022).

No processo de produção de alumínio metálico é utilizada alumina (Al_2O_3), oriunda do refino da bauxita através do processo Bayer. O processo Bayer compreende na dissolução dos hidróxidos de alumínio (gibbsita) presentes na bauxita mediante a reação deste material com uma solução alcalina de NaOH em temperatura de aproximadamente $144^\circ C$ e em condições hidrotérmicas. O produto desse processo é uma solução saturada de aluminato de sódio, através do qual o hidróxido de alumínio é precipitado com o auxílio da adição de cristais de gibbsita. (SENO JUNIOR *et al.*, 2014).

Apesar do processo anterior ser o método mais conhecido e geralmente empregado para obtenção da alumina, diferentes métodos, tais como sol-gel, síntese hidrotérmica, precipitação, dupla hidrólise, entre outros têm sido empregados para sintetizar alumina mesoporosa com alta superfície específica (AMANCIO *et al.*, 2014).

De acordo com Palma e Paskocimas (2021), a alumina, em decorrência de sua grande abundância, é a matéria prima mais utilizada na indústria ceramista para aplicações de Engenharia. Além disso, a alumina apresenta propriedades de interesse tecnológico relevantes: alta dureza, resistência química a solventes orgânicos e inorgânicos, alta resistividade elétrica e térmica.

Além dessas propriedades, a alumina apresenta o fenômeno da alotropia, sendo encontrada em diversas formas de estrutura cristalina e assumindo várias fases metaestáveis. As aluminas de transição, como são chamadas, são separadas em duas grandes classes, em função do arranjo espacial dos oxigênios: em célula cúbica de face centrada (CFC) ou em célula hexagonal compacta (HC). As que possuem estrutura CFC são a gama (γ), a eta (η), a teta (θ) e a delta-alumina (δ). Por outro lado, as aluminas com estrutura HC são a capa (κ), a qui (χ), e a alfa- alumina (α) (LEVIN; BRANDON, 2005). Sendo assim, a alumina tem sua natureza

dependente de fatores tais como sua forma cristalina, além da presença de impurezas na estrutura e microestrutura. Entretanto, em temperaturas acima de 1000°C, todas as fases alotrópicas transitórias da alumina se transformam em alumina- α (alfa), única fase estável presente acima desta temperatura (PALMA; PASKOCIMAS, 2021).

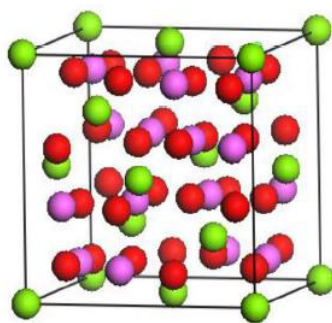
No processo de produção de materiais cerâmicos, a alumina pode participar na formação de uma fase vítrea do tipo sílico-aluminosa, associada a elementos alcalinos fundentes, e esta pode ser encontrada de forma predominante no final da queima, como mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). A mulita, devido sua estrutura aguiforme (mulita secundária, em forma de agulhas), tem a função de ser um esqueleto nos produtos obtidos, contribuindo assim para o aumento da resistência mecânica (BIFFI, 2002);

3.7.1 Alumina ativada

A $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (alumina ativada), uma fase obtida pela desidratação da gibbsita (geralmente em temperaturas menores que 450°C), é uma das estruturas de cristal da alumina. Esse material normalmente possui uma alta área específica, com uma estrutura porosa e superfície química muito propícia para emprego em catálise e adsorção. São utilizadas em aplicações de separação, o que se deve principalmente a seu baixo custo, alta estabilidade térmica e boa interação com metais de transição (ANDRADES; MUNHOZ; MIRANDA, 2015).

A Figura 5 representa um modelo ideal da estrutura cristalina da $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, com uma estrutura similar a do espinélio cúbico, porém com defeitos. As esferas verdes representam os átomos de oxigênio, e as esferas lilás e vermelhas representam os átomos de alumínio ocupando as posições tetraédricas e octaédricas. Ainda que na área acadêmica existem divergências, este modelo é o mais aceito e coerente para a fase gama da alumina.

Figura 5 - Célula unitária ideal de uma $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$



Fonte: (LEVIN; BRANDON, 2005)

Um dos empregos da alumina ativada é para a adsorção, que segundo Pinheiro *et al.* (2016), é um processo geralmente usado na remoção de compostos orgânicos presentes em muitos efluentes industriais, como também a desumidificação de gases, recuperação de vapores de solventes dispendiosos, remoção da umidade da gasolina, bem tratamento de efluentes com metais pesados. Existem atualmente diversos tipos de adsorventes porosos, tais como: sílica gel, zeólitas, carvão ativado e alumina ativada.

Uma outra propriedade física da alumina ativada é sua densidade, de aproximadamente de $3,2\text{g/cm}^3$, menor que a da $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, com valor aproximado de $3,96\text{g/cm}^3$, em condições normais. Além dessa grandeza, a área específica desse composto interfere diretamente na eficiência de adsorção dessa alumina (SHACKELFORD; DOREMUS, 2008). O aumento dessa área superficial, obtida por meio da ativação térmica, ocorre devido à remoção das hidroxilas sob forma de moléculas de água, presentes no Hidróxido de Alumínio (AMARAL, 2013).

Devido a essas propriedades, a alumina ativada é empregada na indústria petroquímica, mais especificamente na produção de polietileno, onde em algumas das plantas de fabricação dessa olefina leitos adsorvedores a base de alumina são utilizados para reter partículas de catalisadores metálicos e desativados com o objetivo de não permitir a passagem do mesmo para as etapas finais de produção das resinas termoplásticas (GARCIN; CARTIER; QUEMERE, 1994).

3.8 RESÍDUOS SÓLIDOS

Dado o atual cenário ambiental e climático, a preocupação em gerar riqueza tem sido cada dia mais atrelada à questão da sustentabilidade, aspecto esse que expressa a preocupação com a qualidade de um sistema que diz respeito à integração indissociável (ambiental e humano), abrangendo os aspectos ambientais, sociais e econômicos (FEIL; STRASBURG; SCHREIBER, 2016).

Partindo dessa perspectiva, pode-se notar um aumento no número de pesquisas relativas a materiais provenientes da vasta gama de resíduos industriais que são possíveis de serem reciclados, a fim de atender a contínua necessidade do mercado de novos produtos cerâmicos dotados de propriedades funcionais sempre melhores, porém de baixo custo.

3.8.1 Definição e classificação pela norma ABNT

Resíduos Sólidos na definição da norma ABNT NBR 10004/2004 (ABNT, 2004), são resíduos no estado sólidos ou semissólidos, oriundos de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Também fazem parte desse conceito os lodos gerados pelos sistemas de tratamento de água, assim como os provenientes de equipamentos e instalações de controle de poluição. Determinados líquidos cujas particularidades tornam inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções técnica e economicamente inviáveis em face à melhor tecnologia disponível, também são caracterizados como resíduos sólidos.

Além dessa descrição, os resíduos sólidos possuem as seguintes classificações determinadas pela mesma norma:

- a) resíduos classe I: Perigosos, ou seja, aqueles que apresentam periculosidade tais como risco à saúde pública (provocando mortalidade, incidência de doenças ou aumentando seus índices), e/ou riscos ao meio ambiente (quando o resíduo for gerenciado de forma inapropriada). Além disso, resíduos perigosos são aqueles que apresentam inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade ou patogenicidade (ou a combinação entre duas ou mais dessas características)
- b) resíduos classe II: Não perigosos, sendo dos tipos:
 - i) resíduos classe II A – Não inertes, ou seja, não se enquadram nas classificações de resíduos classe I - Perigosos ou de resíduos classe II B - Inertes, conforme definidos por essa norma, podendo ter propriedades, tais como: biodegradabilidade, combustibilidade ou solubilidade em água.
 - ii) resíduos classe II B: Inertes, que podem ser quaisquer resíduos que, quando amostrados de uma forma representativa, segundo a ABNT NBR 10007 (ABNT, 2004), e submetidos a um contato com água destilada ou deionizada (contato dinâmico e estático), à temperatura ambiente, conforme ABNT NBR 10006 (ABNT, 2004), nenhum de seus constituintes se solubilizam a concentrações superiores aos padrões de potabilidade de água, excluindo-se as características relacionadas ao aspecto, cor, turbidez, dureza e sabor,

3.8.2 Reaproveitamento de resíduos sólidos em materiais cerâmicos

De acordo com Silva *et al.* (2015), no quesito reaproveitamento resíduos industriais e urbanos, a indústria cerâmica é uma das que mais se notabilizam nesse aspecto, pelo fato de possuir elevado volume de produção (possibilitando o consumo de grandes quantidades de rejeitos), associada características físico-químicas das matérias-primas e processamento cerâmico peculiar. Ainda de acordo com o mesmo autor, é uma das poucas áreas industriais que podem ter benefícios no seu processo produtivo com a incorporação de resíduos na formulação de suas matérias-primas, economizando por exemplo matérias-primas de alta qualidade, e diversificando a oferta de matérias-primas. Segadães (1987) destaca que a heterogeneidade dos produtos cerâmicos permite a incorporação de uma quantidade razoável de resíduos, em termos percentuais, normalmente sem comprometer as propriedades de interesse dos produtos finais. Um exemplo disso é o trabalho de Guilhon, Santos e Farias (2016), que estudaram o aproveitamento do de rochas ornamentais nas propriedades tecnológicas da cerâmica vermelha de Rosário (MA), constatando um aumento da resistência à medida que mais resíduo era adicionado.

A indústria de revestimentos cerâmicos (azulejos e pisos, por exemplo) e de alvenaria estrutural (bloco de cerâmica vermelha) são exemplos de atividades geradoras de resíduos de materiais cerâmicos. Mas, apesar de alguns desses resíduos originados das quebras de produção serem reaproveitados dentro do mesmo processo, há um grande descarte desses materiais em forma de resíduos sólidos em aterros. (DOMINGUINI *et al.*, 2014).

Entretanto, de acordo com Abdrakhimov (2010), devido a composição de resíduos petroquímicos de alta alumina (utilizados em alguns processos petroquímicos como leitos adsorvedores de catalisadores exauridos) estar próxima da composição das matérias primas utilizadas para a produção de materiais cerâmicos, existem possibilidades ilimitadas de utilização mais completa desses rejeitos.

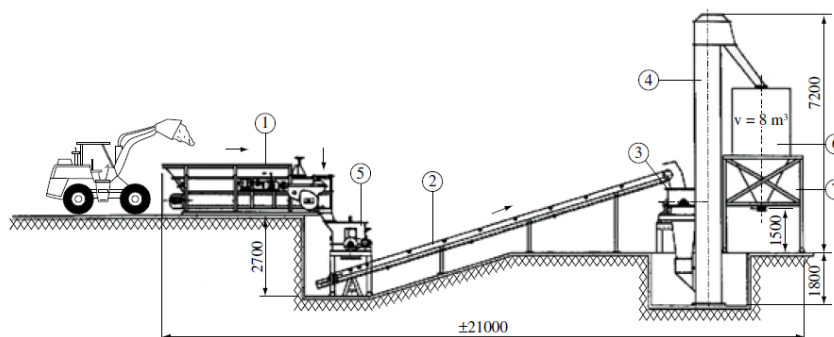
3.8.3 Reaproveitamento de resíduos sólidos a base de alumina

Diversos trabalhos publicados nas últimas décadas demonstram o potencial de reaproveitamento de resíduos à base de alumina em materiais cerâmicos, devido às relevantes propriedades da alumina, conforme discutido anteriormente.

Palma e Paskocimas (2021) estudaram a viabilidade técnica da obtenção de cerâmica branca com adição de variados percentuais em massa de do resíduo chamote de velas de ignição

inservíveis, oriundas da indústria automotiva, obtendo interessantes resultados relativos a propriedades mecânicas das peças produzidas, bem como microestruturas bem definidas. Na Figura 6 é possível ver o esquema de uma planta de reciclagem de chamote localizada no estado de Santa Catarina. Em: (1) Caixaão alimentador; (2) transportador de correia; (3) moinho secundário; (4) elevador de canecos; (5) moinho primário ou britador; (6) silo e peneira vibratória eletromagnética; e (7) estrutura do silo com plataforma e desferrizador.:

Figura 6 - Esquema de uma planta de reciclagem de chamote



Fonte: (CASAGRANDE *et al.*, 2008)

Wang *et al.* (2018) estudaram o reaproveitamento do resíduo de bauxita (lama vermelha), rejeito da indústria do processo Bayer de extração de alumina da bauxita, na produção de cimento e preparo do solo, a partir da recuperação da alumina presente nessa lama.

Abdrakhimova (2016) estudou as propriedades de materiais resistentes a ácido baseado em resíduos de materiais metalúrgicos não ferrosos (minério polimetálico e lama de alumina oriunda de tratamento de alumínio). Os resultados obtidos indicaram a presença de mulita e coríndon que melhoraram a resistência ao ataque de ácido dos materiais, a partir do qual o autor adquiriu uma patente.

Outros trabalhos, como os de Jin-Feng, Wu e Chen (2012) e Jitsangiam e Nikraz (2013), comprovam a variedade de trabalhos de pesquisa com o interesse em reaproveitar a alumina, seja em sua forma pura, ou associada a peças cerâmicas ricas desse material.

3.8.4 Desafios do reaproveitamento de materiais cerâmicos

Apesar de representar uma alternativa à disposição inadequada dos resíduos sólidos provenientes das diversas atividades econômicas, a reciclagem apresenta alguns desafios à sua implantação e manutenção, tais como:

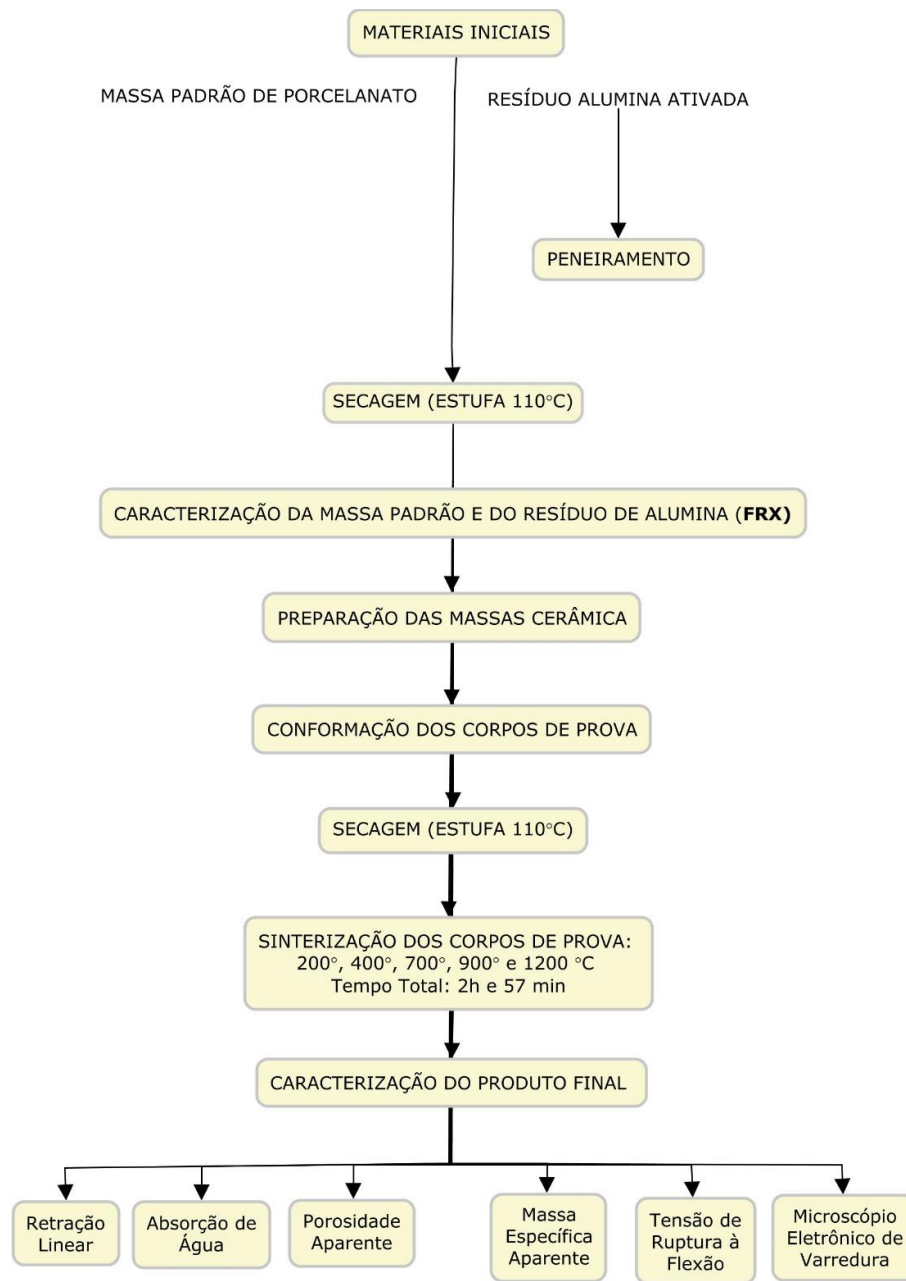
- a) Dificuldade de segregação na origem e o posterior transporte, como citado por Baptista Junior e Romanel (2013), em um artigo acerca da reciclagem dos resíduos de pequenas obras da indústria da construção, no qual o mesmo elenca como impeditivos à prática da reciclagem, a indisponibilidade de espaço para estocagem e processamento, além do custo do transporte em virtude da pequena quantidade. Esse exemplo pode ser facilmente aplicado a outras atividades geradoras de resíduos e que não investem no reaproveitamento dos seus resíduos;
- b) A contaminação por outros produtos, principalmente daqueles que não são suscetíveis à remoção durante o pré-tratamento e as etapas de processamento, representa um dos problemas técnicos à reciclagem. Resíduos heterogêneos geralmente são tecnicamente mais difíceis de serem reaproveitados. Uma reutilização economicamente viável e segura para a saúde pública, por exemplo, implica não haver mistura de resíduos e sua utilização no mesmo setor de origem (FORMOSINHO *et al.*, 2000).

Quando não for possível garantir a reutilização dos produtos, bem como evitar a produção de resíduo, a reciclagem é um excelente meio de preservar os recursos. Os limites desse método estão relacionados a uma quantidade suficiente de resíduos a reciclar, aos mecanismos de recolhimento e de transporte, as operações de processamento dos resíduos em materiais ou produtos úteis e a existência de um mercado para produtos reciclados (FORMOSINHO *et al.*, 2000).

CAPÍTULO 4: MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão descritos as matérias primas, metodologia, equipamentos de ensaios e técnicas de caracterização empregadas neste trabalho de pesquisa. O fluxograma mostrado na Figura 7 resume o procedimento utilizado na metodologia.

Figura 7 – Fluxograma experimental



Fonte: O próprio autor.

4.1 MATERIAIS

O material empregado para o desenvolvimento deste trabalho consistiu de resíduos de leito adsorvedor de alumina ativada, utilizada em uma planta de produção polietileno linear (PEL), situada na região metropolitana de Salvador/BA. Em uma das etapas do processo de fabricação dessa olefina, a solução contendo resina de polietileno fundida, catalisador (formado por uma mistura de Tetracloro de Titânio e Oxitricloro de vanádio), co-catalisadores (um constituído por Cloreto de Dietilalumínio e outro por Etóxido de Dietilalumínio), solvente ciclohexano e soluções desativadoras (uma a base de 2,4-Pentanodiona e outra formada por Ácido Caprílico Cáprico), passam por um vaso de pressão carregado com um leito de alumina ativada, a fim de serem retidos nesse leito. O objetivo dessa etapa é evitar que os metais desses catalisadores, bem como a solução desativadora, não contaminem a resina durante o seu posterior processo de separação e de extrusão. Após uma determinada campanha de operação, com a passagem de aproximadamente 3000 toneladas dessa solução polimérica por esse equipamento, o vaso de pressão é retirado de operação (substituído por um outro reserva) e o leito de alumina ativada contaminado é removido e acondicionado em contentores de armazenamento na área de resíduos sólidos da planta industrial. O resíduo então, objeto de estudo dessa pesquisa, foi doado por essa indústria. A empresa doadora informou que gera aproximadamente 600 toneladas desse resíduo de alumina ativada anualmente.

A massa-padrão de porcelanato, na qual o resíduo de alumina ativada será misturado, em diferentes concentrações, foi doada por uma empresa fabricante de produtos cerâmicos para a construção civil, localizada na região metropolitana de Salvador.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Peneiramento do Resíduo de Alumina Ativada e Secagem das Matérias Primas

O resíduo de alumina ativada, em forma de pó, foi classificado em peneira com abertura de 325mesh em um agitador eletromagnético para peneiras (marca Bertel, modelo BT-001). O equipamento supracitado é do Laboratório de Moagem de Alta Energia do IFBA - Campus Salvador (MAE/IFBA).

Assim como o resíduo de alumina ativada, a massa-padrão de porcelanato também foi doada na forma de pó, nas proporções de argila e fundente necessárias para fabricação das amostras incorporadas com resíduo, sem a necessidade de moagem e peneiramento.

Ambas as matérias-primas das amostras foram secas a 110°C por 24 horas, em estufa com circulação de ar (marca Marconi, modelo MA035/1), do Laboratório de Solos do IFBA - Campus Salvador.

4.2.2 Caracterização Química (FRX) da Massa Padrão de Porcelanato e do Resíduo de Alumina Ativada

Após a secagem das matérias-primas, foi possível analisar, por meio da técnica de Fluorescência de Raios-X por energia dispersiva, a composição química do resíduo de alumina, utilizando aproximadamente 5g do material em pó, com granulometria de 200mesh. O equipamento utilizado foi o Bruker – S2 Ranger, do Laboratório de Caracterização de Materiais do IFBA - Campus Salvador (LCM/IFBA).

O fabricante da massa padrão forneceu a análise de FRX do material doado, dados esses utilizados para avaliação nesta pesquisa.

4.2.3 Preparação das Massas Cerâmicas

4.2.3.1 Formulação das Composições

A incorporação do resíduo de alumina ativada à massa padrão foi feita nas proporções de 0, 2, 4, 6, 8 e 10% p/p (porcentagem em peso), através das quais serão obtidos 5 corpos de prova de cada formulação, designados com nomenclaturas CP-0, CP-2, CP-4, CP-6, CP-8 e CP-10, respectivamente. As quantidades de cada componente foram pesadas em uma balança analítica, da marca Shimadzu - AY220 (com precisão de 0,001mg).

A Tabela 4.1 apresenta a composição de cada formulação em porcentagem em peso de resíduo e massa-padrão:

Tabela 4.1 - Composição dos corpos de prova (continua)

Corpos de prova	Peso (%)	
	Massa-padrão	Resíduo
CP-0	100	-
CP-2	98	2
CP-4	96	4

Tabela 4.1 - Composição dos Corpos de Prova (conclusão)

CP-6	94	6
CP-8	92	8
CP-10	90	10

Fonte: O próprio autor.

4.2.3.2 Mistura e Homogeneização

As formulações foram dispostas individualmente em um saco plástico hermético, que foi agitado manualmente por um tempo necessário para promover a homogeneização da composição.

À cada mistura, com o auxílio de uma proveta graduada, foram adicionados 6% de água destilada como lubrificante, quantidade correspondente ao valor utilizado pelo fabricante doador da massa-padrão. O objetivo dessa umidificação é melhorar as propriedades pós prensagem (compacidade e resistência) dos corpos de prova a verde.

As massas cerâmicas, acondicionadas em sacos herméticos, permaneceram em repouso por um período de 24h, para que não houvesse variação de umidade e garantia de homogeneização. Na Figura 8 é possível ver como ficaram as formulações armazenadas nos sacos herméticos.

Figura 8 – Etapa de mistura e homogeneização dos corpos de prova

Fonte: Próprio autor

4.2.4 Conformação dos Corpos de Prova

A partir de cada formulação, os corpos de prova foram obtidos por conformação em matriz de aço SAE 1045, com dimensões 60 x 20 x 5 mm. Cada corpo de prova, com 12,5 gramas de massa, foi prensado durante um minuto, sob uma carga de 5 t (aproximadamente

400Kgf/cm²), em uma prensa da marca Somar, com 15 t de capacidade. Na Figura 9 é possível ver a montagem do sistema:

Figura 9 – Etapa de compactação dos corpos de prova



Fonte: Próprio autor

4.2.5 Secagem

Após conformados, os corpos de prova foram secos em estufa a 110°C, por 24 horas, com o objetivo de reduzir a umidade. Em seguida, foram determinadas as dimensões lineares de cada amostra, com um paquímetro digital, da marca Mitutoyo, com precisão de 0,01 mm. As medidas serviram para determinar a retração linear de queima (RL), o volume e a densidade. As amostras também foram pesadas na mesma balança analítica anteriormente citada.

4.2.6 Sinterização dos Corpos de Prova

As sinterizações dos corpos-de-prova foram realizadas em forno elétrico programável, marca Brasimet, modelo EGH 20/30 (do DTMM - Laboratório de Tecnologia Mecânica e Materiais do IFBA - Campus Salvador). Na tabela 4.2 estão citadas as temperaturas, taxas de aquecimento e tempos de patamares utilizados na queima das amostras. O resfriamento ocorreu de forma natural, com as amostras mantidas dentro do forno até atingirem a temperatura ambiente. A temperatura considerada no trabalho foi de 24°C A Figura 10 exibe a entrada das amostras no forno, para a etapa de sinterização:

Figura 10: Amostras sendo colocadas no forno tubular

Fonte: O próprio autor

Já na Tabela 4.2 é possível visualizar as rampas e os tempos de queima utilizados na sinterização dos corpos de prova. Tais procedimentos de aquecimento e permanência nos patamares têm por finalidade otimizar os processos de liberações de compostos voláteis, consolidação das reações químicas e minimização de possíveis imperfeições dos materiais submetidos à queima.

Tabela 4.2 - Rampas e patamares de queima das amostras

Temperaturas	Rampa	Tempo de permanência
0 - 200°C	25°C/min	30min
200 - 400°C	25°C/min	30min
400 - 700°C	25°C/min	2,5min
700 - 900°C	15°C/min	2,5min
900 - 1200°C	7,5°C/min	8min

Fonte: O próprio autor.

4.2.7 Caracterização do Produto Final

Para avaliar as propriedades mecânicas e de aplicações tecnológicas dos corpos-de-prova após queima, foram realizados os ensaios de retração linear de queima (RL, através da medição das dimensões lineares), perda ao fogo (PF), absorção de água (AA, pelo método de imersão), massa específica aparente (MEA), tensão de ruptura à flexão (TRF) em uma máquina de ensaios universal (marca EMIC, modelo 23-20) do LCM/IFBA.

Além dos ensaios mecânicos, os corpos de prova sinterizados foram submetidos à análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em um microscópio Tescan modelo VEGA LMU 3 do LCM/IFBA.

4.2.7.1 Retração Linear

A retração linear (RL) é uma importante propriedade das argilas que costuma ser tratada com rigor pela indústria, uma vez que ao longo do processo térmico, diferenças nas retrações das dimensões dos corpos cerâmicos podem levar ao surgimento de trincas durante a secagem.

A retração linear de queima percentual ou RL foi determinada utilizando-se a Equação 4.1. As medidas lineares dos corpos de prova após queima foram obtidas através de um paquímetro digital Mitutoyo com resolução de 0,01mm.

$$RL (\%) = \frac{(L_o - L_f)}{L_o} \times 100 \quad (4.1)$$

Onde L_o corresponde ao comprimento inicial (mm) da amostra à verde após a secagem, em estufa e L_f , o comprimento final (mm) da mesma após a queima. Todas as medidas foram feitas com o corpo de prova na temperatura ambiente.

A obtenção da RL foi feita para cada composição a partir da média aritmética das dimensões de cada um dos cinco corpos de prova.

4.2.7.2 Absorção de Água

A absorção de água (AA) é uma das propriedades de aplicação tecnológica mais importantes da indústria cerâmica, sobretudo aquelas usadas para revestimento que são classificadas de acordo com o percentual de absorção medido. A AA está relacionada à quantidade de água, em porcentagem, que o corpo absorve após a queima.

Os corpos de prova sinterizados foram secados em estufa a 110°C durante 24h. Em seguida, foram pesados em balança com precisão de 0,0001g, a fim de se obter a massa queimada seca (M_q), em g. Na sequência, foram mantidos imersos em água destilada por 24h e, após esse período, o excesso de água de sua superfície foi removido com papel de filtro úmido, e pesadas suas respectivas massas saturadas de água (M_u), em g. A partir dos dados coletados, a Equação 4.2 foi utilizada para determinar o valor percentual de absorção de água AA (%) das amostras de cada composição.

$$AA (\%) = \frac{(M_u - M_q)}{L_o} \times 100 \quad (4.2)$$

O valor de AA (%) encontrado foi calculado através da média aritmética obtida para os cinco corpos de prova de cada composição.

4.2.7.3 Porosidade Aparente

A porosidade aparente (PA) é um procedimento experimental que visa obter, em valores percentuais, a medida do volume de poros abertos em relação ao volume total do corpo de prova. O mesmo consiste na obtenção do peso em gramas da amostra totalmente imersa em água (Mi), utilizando-se o método da balança hidrostática. O procedimento é realizado após a imersão dos corpos de prova sinterizados, previamente secos em estufa, em água por 24h. O valor da porosidade aparente (PA) percentual é obtido pela Equação (4.3):

$$PA (\%) = \frac{(Mu - Mq)}{(Mu - Mi)} \times 100 \quad (4.3)$$

Onde Mu é o peso (em g) do corpo de prova úmido, Mq o peso (em g) do corpo-de-prova seco e Mi o peso (em g) do corpo de prova imerso em água.

O valor de PA (%) encontrado foi obtido através da média aritmética de cinco corpos de prova para cada composição.

4.2.7.4 Massa Específica Aparente

A Densidade aparente (Dap) ou Massa Específica Aparente (MEA) corresponde ao volume ocupado por uma determinada massa de sólido, incluindo a porosidade (poros intergranulares).

Os dados obtidos e o método de ensaio foram os mesmos utilizados no ensaio de PA, os quais foram aplicados na Equação 4.4:

$$MEA (g/cm^3) = \frac{Mq}{(Mu - Mi)} \quad (4.4)$$

Onde MEA (g/cm³) é a massa específica aparente, em g/cm³; Mu o peso (em g) do corpo-de-prova úmido, Mq o peso (em g) do corpo de prova sinterizado e seco (em estufa), e Mi o peso (em g) do corpo-de-prova imerso em água.

Tal como nos ensaios anteriormente citados, os valores de MEA obtidos foram calculados a partir da média aritmética das medidas de 5 amostras.

4.2.7.5 Tensão de Ruptura à Flexão

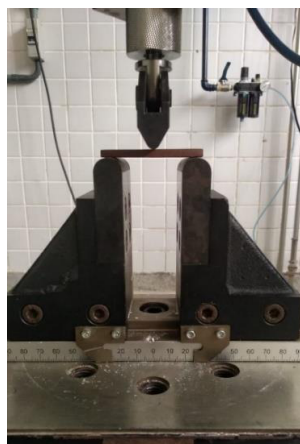
Através do ensaio de flexão simples em três pontos, corpos de prova cerâmicos são submetidos a esforços de tração e compressão. A determinação da Tensão de Ruptura à Flexão (TRF), medida em MPa, é dada pela Equação 4.5 (ABNT NBR ISO 10545-4/2020) (ABNT, 2020):

$$\text{TRF (MPa)} = \frac{3xFL}{2bxh^2} \quad (4.5)$$

Onde F é a força aplicada, em N; L é a distância entre os apoios, em 10^{-3} m; b é a medida da base do corpo de prova, em 10^{-3} m; h é a espessura do mesmo, também em 10^{-3} m.

Foram ensaiadas cinco amostras sinterizadas de cada formulação e o valor da TRF foi obtido através da média aritmética para cada composição. Foi utilizada uma máquina de ensaios universal (marca EMIC, modelo 23-20) do LCM/IFBA, conforme pode ser visualizada na Figura 11, com uma célula de carga de 2,5KN, velocidade de aplicação de carga de 0,5mm/min e distância de 50×10^{-3} m entre os apoios, de acordo com a ABNT NBR ISO 10545-4/2020.

Figura 11 - Ensaio de flexão de 3 pontos



Fonte: Próprio autor

O valor de TRF(MPa) encontrado foi obtido através da média aritmética de cinco corpos de prova, para cada formulação.

4.2.7.6 Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada nas superfícies de fraturas dos corpos-de-prova testados por flexão (item 4.2.7.5), com os objetivos de avaliar as transformações de fase ocorridas após a sinterização e identificar as porosidades existentes. Para tanto, as superfícies fraturadas foram reduzidas em tamanho, através de um arco de serra, tratadas quimicamente numa solução aquosa a 2% em volume de ácido fluorídrico e secas em estufa a 110°C durante 48h. Após essas etapas, as amostras foram metalizadas em um equipamento metalizador da marca Quorum, modelo Q150R ES, conforme Figura 12, e presas por uma fita condutora de carbono no porta-amostra de alumínio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) Tescan, modelo VEGA LMU 3 do LCM/IFBA.

Figura 12 - Partes seccionadas da superfície de fratura sendo metalizadas



Fonte: Próprio autor

CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão descritos os resultados obtidos da caracterização das matérias primas e dos ensaios dos corpos de prova, bem como a discussão dos resultados relacionados às propriedades de medidas.

5.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX) DAS MATÉRIAS-PRIMAS

O objetivo dessa etapa é apresentar os resultados da caracterização química das matérias-primas utilizadas nas preparações dos corpos de prova, identificando e exibindo a quantidade dos elementos presentes.

A Tabela 5.1 abaixo mostra os resultados da análise química da massa padrão feita no laboratório de controle de qualidade da empresa de revestimentos cerâmicos, parceira da pesquisa, bem como o resultado do percentual dos óxidos presentes no resíduo de alumina ativada, obtido através do ensaio de FRX realizado no laboratório de caracterização de materiais do IFBA:

Tabela 5.1 - Composição química das matérias-primas (continua)

Óxidos presentes	Concentrações em peso (%)	
	Massa-Padrão	Resíduo de Alumina
Al ₂ O ₃	19,22	76,92
SiO ₂	62,80	-
Fe ₂ O ₃	3,32	0,13
TiO ₂	0,68	10,09
Na ₂ O	2,03	4,60
CaO	2,11	-

Tabela 5.1 - Composição química das matérias-primas (conclusão)

MgO	0,68	1,00
K ₂ O	3,01	-
V ₂ O ₅	-	3,75
NiO	-	0,31
Cl	-	3,15
PF (Perda ao Fogo)	6,15	0,05

Fontes: Documento interno da empresa; O próprio autor (FRX do resíduo de alumina).

Como se pode notar, a massa padrão apresentou como principais constituintes (somando mais de 80% da massa) os óxidos de silício e de alumínio, além de teores de óxido de ferro e de titânio relativamente mais baixos em relação aos revestimentos de queima vermelha, apresentando uma composição química típica das massas de porcelanato esmaltados utilizadas atualmente no Brasil. Outros óxidos que estão em menor percentual (somando mais de 5% da massa), mas não menos importantes, são os óxidos de sódio e potássio.

Já os óxidos de cálcio e magnésio, presentes na massa padrão em teores que somados não chegam nem a 3%, por possuírem um moderado efeito fundente, podem ajudar na diminuição da temperatura de sinterização.

Como já explicitado anteriormente, a função da alumina ativada nesse processo petroquímico é reter o catalisador que não reagiu durante o processo, de modo que ele não esteja presente nas etapas posteriores à adsorção. Os resultados obtidos na análise do resíduo mostram que o percentual de alumina foi de 76,92%, o que é condizente com a composição da alumina ativada informado pela empresa, antes da utilização no processo (83 a 94%). Já o teor de óxido de sódio de 4,6%, pode ser justificado pela presença de 3 a 10% de Na₂CO₃ na alumina ativada.

Essas informações são importantes para entender que os outros óxidos além do Al₂O₃ e Na₂O encontrados na análise química do resíduo de alumina são oriundos do processo no qual essa alumina ativada é empregada como adsorvente. Por exemplo, os teores de óxido de titânio (10,09%), de óxido de vanádio (3,75%) e cloro (3,75%) são provavelmente oriundos do catalisador, uma mistura de tetracloreto de titânio e oxitricloreto de vanádio, conforme informado pela empresa. Já os óxidos metálicos de níquel, magnésio e ferro encontrados em teores que somados não chegam a 2%, podem ser justificados por uma provável reação da massa polimérica com as paredes dos tubos, por onde a mesma é conduzida até chegar no leito de alumina ativada.

O teor de óxido de titânio encontrado na análise química do resíduo, em pequenas quantidades, pode ser um agente de variação de tonalidade. Na Figura 13 é possível observar a mudança de tonalidade que ocorre nas amostras à medida que mais resíduo de alumina ativada é incorporado na massa cerâmica:

Figura 13 - Da esquerda para a direita, os corpos de prova com 0, 2, 4, 6, 8 e 10% de resíduo incorporado na massa padrão



Fonte: Próprio autor

O valor de perda ao fogo (P.F.) da massa, em torno de 6%, indica ser provável que a mesma tenha presença de matéria orgânica volátil, com concentração superior a aquela encontrada no resíduo de alumina, que apresentou menos de 0,1% de P.F.

5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS CORPOS-DE-PROVA SINTERIZADOS

Durante a preparação das amostras, nas etapas anteriores à sinterização, foram observadas algumas características nos corpos de prova das diferentes formulações.

Já durante a umidificação das composições, as amostras com maiores percentuais de resíduo apresentaram uma menor dificuldade de homogeneização da massa, formando menos torrões, e os que tinham eram mais fáceis de serem quebrados. Ou seja, as massas cuja composição tinha maior percentual de resíduos era mais homogênea após a aplicação de 6% de água na mistura.

Na compactação, foi observado que as amostras que tinham maiores percentuais de resíduo desprendiam mais material na matriz, bem como da superfície dos corpos de prova à verde durante manuseio. As amostras C10 foram as que apresentaram as maiores perdas de material, exibindo um aspecto "empoeirado", o que conduziu a um aspecto um pouco mais frágil que as demais. Apesar disso, todos os corpos de prova apresentaram resistência à verde satisfatória, não havendo quebra dos mesmos enquanto eram manipulados nas etapas posteriores à compactação.

5.2.1 Retração Linear

A Tabela 5.2 apresenta os resultados do ensaio de retração linear das amostras:

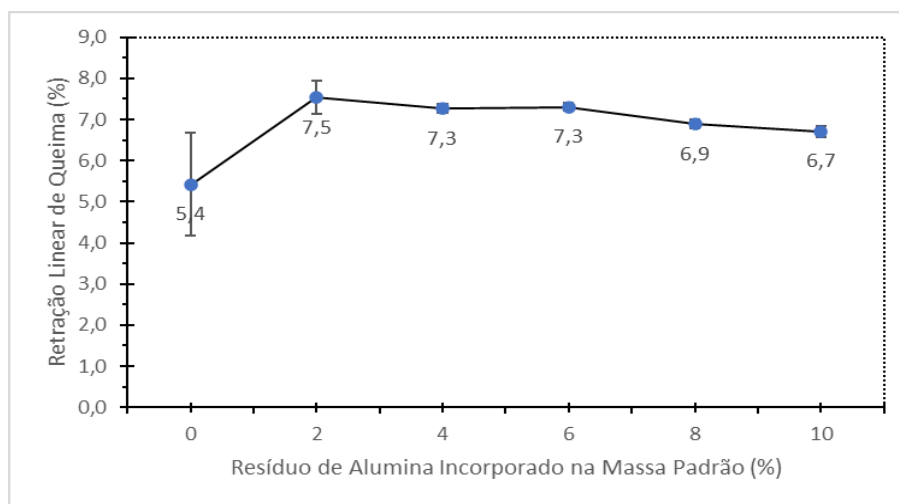
Tabela 5.2 - Retração Linear de Queima dos corpos sinterizados a 1200°C

Temperatura de Sinterização	Retração Linear (%)					
	C0	C2	C4	C6	C8	C10
1200°C	5,4±1,25	7,5±0,40	7,3± 0,11	7,3±0,09	6,9±0,10	6,7±0,14

Fonte: Próprio autor

Já na Figura 14 é possível ver o gráfico com os resultados de RL gerados:

Figura 14 - Gráfico de retração linear dos corpos sinterizados a 1200°C



Fonte: Próprio autor

No gráfico da Figura 14, observa-se um aumento (variando entre 1,3 e 2,1%) da retração linear entre as amostras sem o resíduo de alumina ativada incorporado e as amostras contendo o resíduo. O aumento foi mais significativo nas amostras contendo entre 2 e 6% do resíduo de alumina ativada, provavelmente devido ao fato de que parte da composição da massa padrão, que contém quartzo (SiO_2), foi substituída pelo resíduo. Por outro lado, o aumento da concentração de Al_2O_3 à medida que mais resíduo de alta alumina é incorporado, pode provocar

uma maior formação da fase vítrea nos corpos de prova, aumentando a sua retração, devido ao preenchimento dos vazios durante a sinterização.

É importante notar que, a partir de 6% de resíduo presente na massa padrão, a retração linear começa a apresentar uma ligeira redução. Isso pode ser atribuído ao aumento da porosidade fechada e da pressão interna do gás aprisionado nos interiores dos poros. À medida que mais resíduo de alumina ativada é incorporado na massa padrão, a concentração de Na_2CO_3 e de potencial material orgânico (polímeros do processo) presentes no resíduo aumentam, além da matéria orgânica advinda da própria massa. A decomposição desses constituintes, formando CO_2 , pode ser a responsável pelo aumento da porosidade fechada (maior geração de bolhas de gás) nas amostras, interferindo na vitrificação (preenchimento dos poros abertos).

Vale ressaltar que apesar das amostras incorporadas com resíduo apresentarem aumento na retração linear em relação à massa sem resíduo, os valores de retração obtidos (aproximadamente entre 7 e 8%) estão dentro da faixa usual de placas cerâmicas para porcelanato.

5.2.2 Massa Específica Aparente

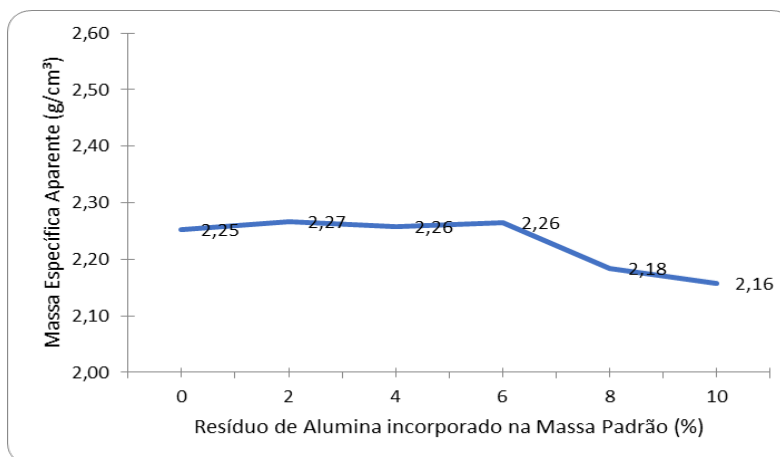
A Tabela 5.3 apresenta os resultados do ensaio da massa específica aparente:

Tabela 5.3 - Massa específica aparente dos corpos de prova sinterizados a 1200°C

Temperatura de Sinterização	Massa específica aparente (g/cm ³)					
	C0	C2	C4	C6	C8	C10
1200°C	2,25±0,06	2,27±0,11	2,26±0,04	2,26±0,01	2,18±0,02	2,16±0,03

Fonte: Próprio autor

Na Figura 15, é possível ver o gráfico gerado a partir dos dados anteriores:

Figura 15 - Gráfico da massa específica aparente dos corpos de prova sinterizados a 1200°C

Fonte: Próprio autor

Como observado no gráfico da Figura 15, houve um discreto aumento (até 6%) da massa específica aparente das amostras com o aumento do percentual de resíduo incorporado, provavelmente associado ao aumento da densificação do material (diminuição do volume de vazios) conforme mais alumina é acrescentada. Esse é um resultado que está em concordância com o que aconteceu com a retração linear, pois há uma maior formação de fase vítrea com o aumento da concentração de Al_2O_3 , que devido a sua capilaridade, preenche os poros e aumenta a densidade dos corpos de provas.

Assim como ocorreu na retração linear, a partir de 6% de incorporação do resíduo na massa, há um decréscimo razoável da massa específica aparente, muito provavelmente devido a formação de gases da decomposição de componentes presentes no resíduo, que aumentam a pressão gasosa nos poros e impedem o preenchimento dos vazios durante a vitrificação.

5.2.3 Porosidade Aparente

A Tabela 5.4 apresenta os resultados do ensaio de Porosidade Aparente dos corpos de prova sinterizados:

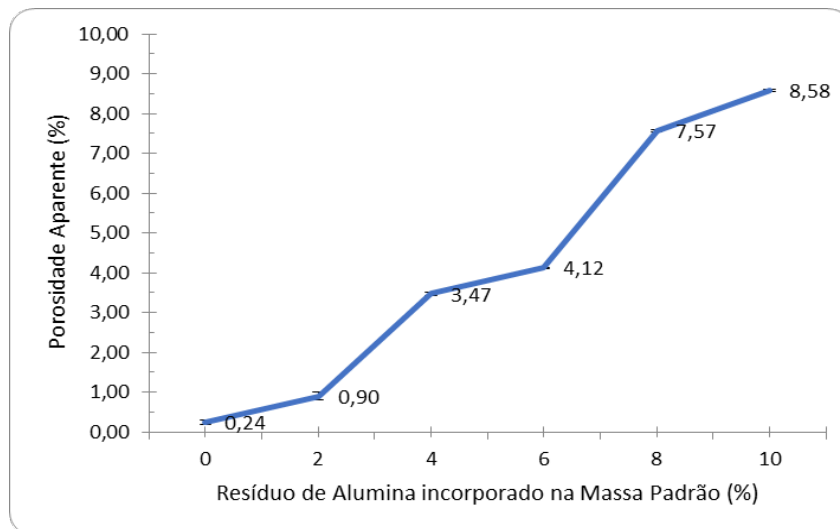
Tabela 5.4 - Porosidade Aparente dos corpos de prova sinterizados a 1200°C

Temperatura de Sinterização	Porosidade Aparente (%)					
	C0	C2	C4	C6	C8	C10
1200°C	0,24±0,15	0,90±0,55	3,47±1,26	4,12±1,02	7,57±2,60	8,58±1,40

Fonte: Próprio autor

Na Figura 16, é possível ver o gráfico gerado a partir dos dados anteriores:

Figura 16 - Gráfico da porosidade aparente dos corpos sinterizados a 1200°C



Fonte: Próprio autor

A PA representa a quantidade de poros interligados à parte externa do corpo cerâmico. Devido às características semelhantes do ensaio de PA e de absorção de água, é esperado um comportamento similar dos resultados de ambos. Conforme observado nos gráficos das Figuras 16 e 17, há uma semelhança nas curvas obtidas.

Conforme esperado, a formulação com menor percentual de PA no gráfico da Figura 16 foi aquela sem incorporação de resíduo (C0). Isso porque, no gráfico da Figura 17, as amostras sem resíduo (0%) também apresentaram o menor valor de AA, pois a absorção de água fornece uma medida da porosidade aberta.

O grau de crescimento da porosidade aparente nos intervalos compreendidos entre 0 e 2% de resíduo incorporado do gráfico da Figura 16 segue o mesmo padrão de aumento da AA no gráfico da Figura 17, ou seja, até o acréscimo de 2% de resíduo de alumina na massa padrão, não há uma mudança significativa da absorção de água e da porosidade aparente, quando comparados aos outros intervalos.

O aumento da PA e da AA à medida que mais resíduo foi acrescentado demonstra que, na superfície, o processo de vitrificação foi insuficiente para diminuir a porosidade aparente das amostras. Tal fato pode ser associado ao aumento de materiais cristalinos, oriundos do resíduo (alumina ativada), na composição da massa das amostras, que durante a queima, aumentam a viscosidade do sistema e impedem uma densificação mais intensa. Ou seja, a

porosidade aberta (superficial) das amostras não foi minimizada devido à presença de mais materiais cristalinos, que diminuíram a sinterização por fluxo viscoso (fluxo da fase vítrea preenchendo os poros superficiais).

Outra explicação para a ocorrência desse aumento de PA é a menor concentração de óxidos fundentes (K_2O e Na_2O) nas formulações, já que à medida que mais resíduo é acrescentado, mais fundentes da massa padrão são retirados. Esse resultado provavelmente não reflete o que acontece no interior dos corpos de prova (porosidade fechada), já que os resultados dos ensaios de RL e MEA demonstram um processo mais desenvolvido da formação da fase vítrea (maior, à medida que mais resíduo de alumina foi incorporado, até o percentual de 6%).

5.2.4 Absorção de Água

Na Tabela 5.5 abaixo estão descritos os resultados do ensaio de absorção de água.

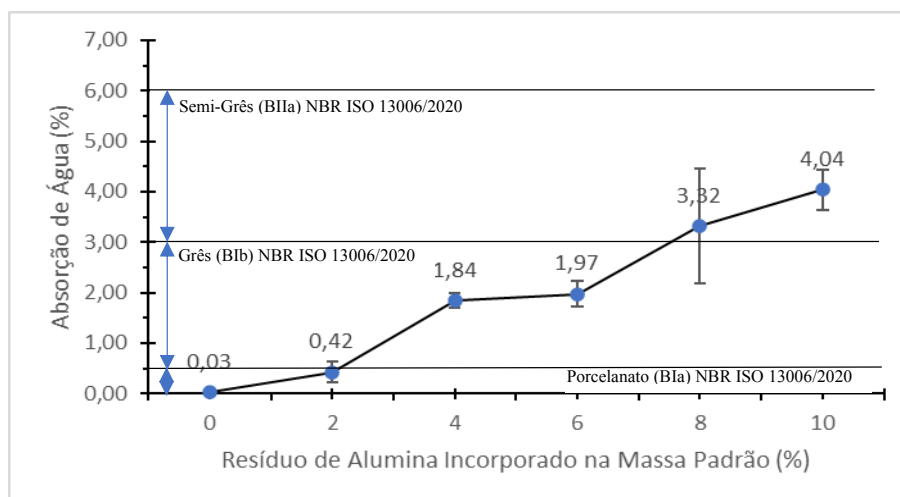
Tabela 5.5 - Absorção de água dos corpos de prova sinterizados a 1200°C

Temperatura de Sinterização	Absorção de água (%)					
	C0	C2	C4	C6	C8	C10
1200°C	0,03±0,02	0,42±0,21	1,84±0,14	1,97±0,26	3,32±1,13	4,04±0,39

Fonte: Próprio autor

Na Figura 17, é possível ver o gráfico gerado a partir dos dados anteriores:

Figura 17 - Gráfico da absorção de água dos corpos de prova sinterizados a 1200°C



Fonte: Próprio autor

A absorção de água é uma das principais propriedades avaliadas nos compostos cerâmicos após sua fabricação. O resultado do aumento de AA com a introdução de resíduo está relacionado ao aumento da porosidade aparente no processo de vitrificação dos corpos de prova, discutida anteriormente.

Conforme gráfico da Figura 17, nos corpos de prova sem resíduo, o resultado obtido quanto a absorção de água (0,03%), está dentro do esperado para cerâmicas técnicas (com aplicações mais específicas que as cerâmicas tradicionais). Apesar da massa doada para esta pesquisa ser utilizada para fabricação de porcelanatos, com os parâmetros de fabricação das amostras utilizados neste trabalho, foi possível obter um material com uma absorção quase nula (menor que 0,1%), típica de porcelanato técnico, de acordo com a ABNT NBR ISO 13006 (ABNT, 2020).

A AA até 2% de resíduo incorporado aumentou discretamente, indicando um valor de 0,42%, valor que permite classificar as amostras, conforme o parâmetro de absorção de água da ABNT NBR ISO 13006 (ABNT, 2020), como revestimentos cerâmicos do grupo BIIa (Absorção até 0,5%, fabricado por prensagem a seco). Além disso, conforme a ANFACER (ANFACER, 2017), com esse percentual de AA o material é classificado comercialmente como porcelanato.

As amostras com 4 e 6 % de resíduo incorporado apresentaram 1,84 e 1,97% de AA. Ainda de acordo com a ABNT NBR ISO 13006 (ABNT, 2020), essas amostras podem ser classificadas dentro do grupo BIIb, devido às suas respectivas AA estarem dentro do intervalo de 0,5 a 3%. Esse material, ainda de acordo com a ANFACER (ANFACER, 2017), pode ser comercializado como grês.

Já as amostras com 8 e 10% de resíduo, apresentaram valores maiores que 3% de AA. Utilizando as mesmas normas citadas anteriormente e tendo como parâmetro apenas a AA, esse material integra o grupo BIIa ($3% < \text{Abs} < 6%$), sendo comercializado como semi-grês.

5.2.4 Tensão de Ruptura à Flexão (TRF)

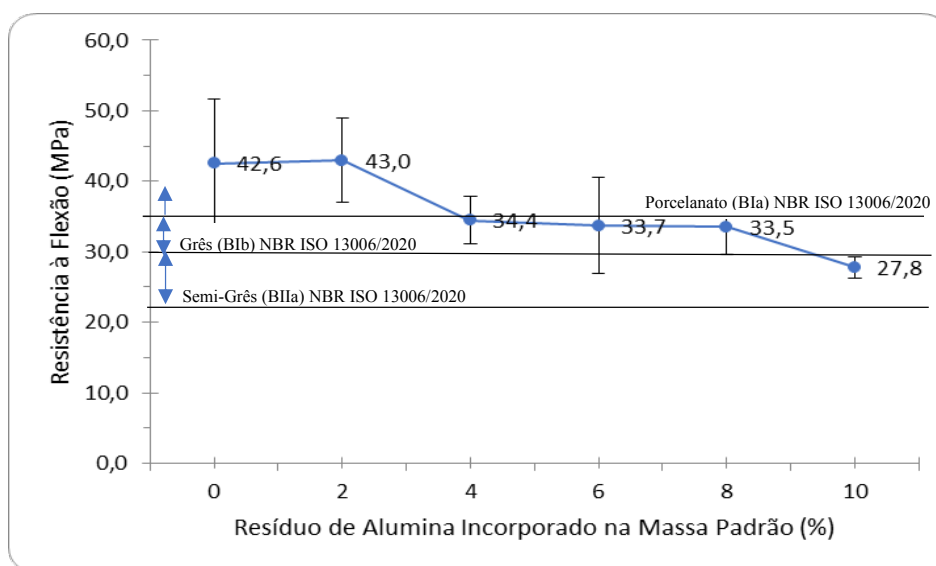
Os dados da Tabela 5.6 mostram os resultados do ensaio de resistência à flexão:

Tabela 5.6 - Resistência à flexão dos corpos de prova sinterizados a 1200 °C

Temperatura de Sinterização	Resistência à flexão (MPa)					
	C0	C2	C4	C6	C8	C10
1200°C	42,6±9,14	43,0±5,94	34,4±3,37	33,7±6,81	33,5±3,84	27,8±1,56

Fonte: Próprio autor

Na Figura 18, é possível ver o gráfico gerado a partir dos dados anteriores:

Figura 18 - Gráfico da resistência à flexão dos corpos sinterizados a 1200°C

Fonte: Próprio autor

O gráfico da Figura 18 apresenta os resultados do ensaio de resistência à flexão em três pontos dos corpos de prova estudados. Apesar do modesto aumento de resistência, apresentado pelas amostras com 2% de resíduo incorporado à massa padrão, pode-se observar um decréscimo dos valores de resistência com o aumento do percentual em peso de alumina ativada. Ao comparar essa tendência de redução da resistência à flexão com o aumento tanto da porosidade aparente quanto da absorção de água, torna-se evidente a influência da porosidade no surgimento de falhas no material. Essa queda de resistência sugere que o acréscimo de resíduo provocou um aumento de porosidade fechada (inclusa no material), gerada provavelmente devido a formação de gases que dificultaram o preenchimento dos poros internos e fragilizaram os corpos de prova.

Outro detalhe é que há uma discreta diferença entre os valores da tensão de ruptura à flexão das amostras com 2% de resíduo incorporado (43MPa) quando comparadas às amostras sem o resíduo (42,6Mpa), embora ambos os resultados estão em conformidade com os valores de TRF definidos na ABNT NBR ISO 13006 (ABNT, 2020). De acordo com essa norma, as amostras com absorção de água (<0,5%) e resistência à flexão (35MPa) são caracterizadas como porcelanato do grupo BIa.

Ao se comparar os resultados de TRF entre as amostras com 2 e 4% de resíduo, é evidenciado um acentuado decréscimo (de 43MPa para 34,4 MPa) dessa resistência. Essa relevante diferença de TRF entre 2 e 4% pode ser comparada com o aumento tanto da absorção de água (de 0,42% para 1,84%) quanto de porosidade aparente (de 0,90% para 3,47%), indicando a influência de AA e PA na resistência à flexão dos corpos de prova.

As amostras com 4 e 6% apresentaram valores de propriedades muito próximas em todos os ensaios realizados, como pode ser observado, por exemplo, para a AA (1,84 e 1,97%, respectivamente) e TRF (34,4 e 33,7 MPa). De acordo com a ABNT NBR ISO 13006 (2020), tais valores contemplam os requisitos de umidade ($0,5 < AA \leq 3,0$) e de resistência à flexão (30MPa) das placas cerâmicas do grupo BIIa, comercialmente denominadas de grês (grupo BIb).

Já as amostras com 8 e 10% de resíduo, como esperado, apresentaram valores de TRF inferiores (33,5 e 27,8MPa, respectivamente) às demais composições. A TRF das amostras com 8% não ficou tão diferente das amostras com 4 e 6% de resíduo (34,4 e 33,7MPa), o que também foi observado nos resultados de RL e MEA. De forma diferente, porém, os resultados de porosidade aparente (7,7%) e absorção de água (3,32%) para 8% de resíduo, foram ligeiramente superiores. A partir dessa comparação pode-se sugerir que, até 8% de resíduo introduzido na massa, a sinterização não promoveu mudanças relevantes entre a formação da microestrutura dos corpos de prova produzidos, fazendo com que essas amostras apresentassem propriedades relacionadas à compacidade (densificação) correspondentes. O mesmo não ocorre com as amostras com 10% de resíduo, cujos resultados, principalmente de TRF, foram diferentes dos demais.

Ao confrontar os resultados obtidos das amostras de 8 e 10% com a ABNT NBR ISO 13006/2020, tanto os valores de TRF (33,5 e 27,8MPa, respectivamente) quanto os valores de AA (3,32 e 4,04%, respectivamente) se enquadram nos requisitos das placas cerâmicas do grupo BIIa ($3,0 < AA \leq 6,0$), com resistência mínima de 22MPa, que são vendidas como semi-grês

5.2.6 Microestrutura dos Corpos-de-Prova Sinterizados

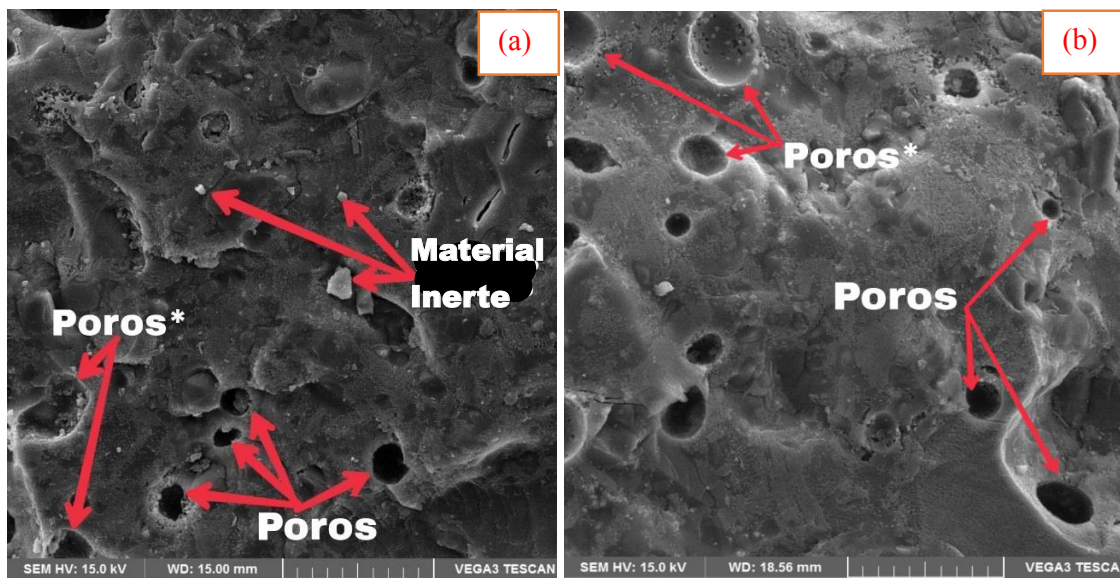
Através das imagens geradas por microscopia eletrônica de varredura foi possível avaliar a microestrutura das amostras, ao investigar a matriz vítrea e fases cristalinas formadas, bem como a existência de poros. Essa análise possibilitou associar os resultados dos ensaios à formação das fases mulita (primária e secundária), presença de uma matriz vítrea consolidada, formação e evolução de poros com o aumento da composição de resíduo nas amostras, entre outras características.

Em todas as imagens geradas, a microestrutura dos corpos de provas sinterizados à 1200°C evidencia a existência de materiais que não foram totalmente dissolvidos na matriz vítrea durante a sinterização, provavelmente com pontos de fusão superiores à temperatura de sinterização. A esses materiais foram atribuídos a nomenclatura de “material inerte” nas imagens.

Na Figura 19 (a) e 19(b) é possível comparar as imagens da matriz vítrea das amostras com 0 e 2% de resíduo, respectivamente. Apesar de uma maior presença de poros na formulação com 2% de resíduo, há uma maior consolidação da fase vítrea, portanto, uma menor concentração de material inerte. Entretanto, na imagem (b) é possível identificar uma maior incidência de poros*, cuja morfologia (total ou parcialmente preenchida com o mesmo material da fase vítrea) se diferencia dos outros poros presentes, devido ao fato de serem provavelmente oriundos do processo de inchamento de poros, em função da formação de gases oriundos de materiais voláteis presentes na composição das massas. Como visto anteriormente, é provável que a presença de matéria orgânica na massa, além do Na_2CO_3 na composição do resíduo tenha influenciado nessa característica.

A formação de uma fase vítrea mais consolidada (menor quantidade de poros e concentração de material inerte), na amostra com 2% de resíduo quando comparada à amostra com 0%, está provavelmente relacionada à introdução de um maior percentual de alumina do resíduo, que ao se associar a elementos alcalinos fundentes da massa padrão, resulta na formação de fases cristalinas, como a mulita. Esse fato pode justificar o aumento da RL (Figura 14) para as amostras com 2 a 6% do resíduo, quando comparadas às amostras sem resíduo, apesar da maior formação de poros oriundos de materiais voláteis.

Figura 19 - MEV da superfície de fratura da amostra com 0 e 2% de resíduo, com ampliação de 3000x

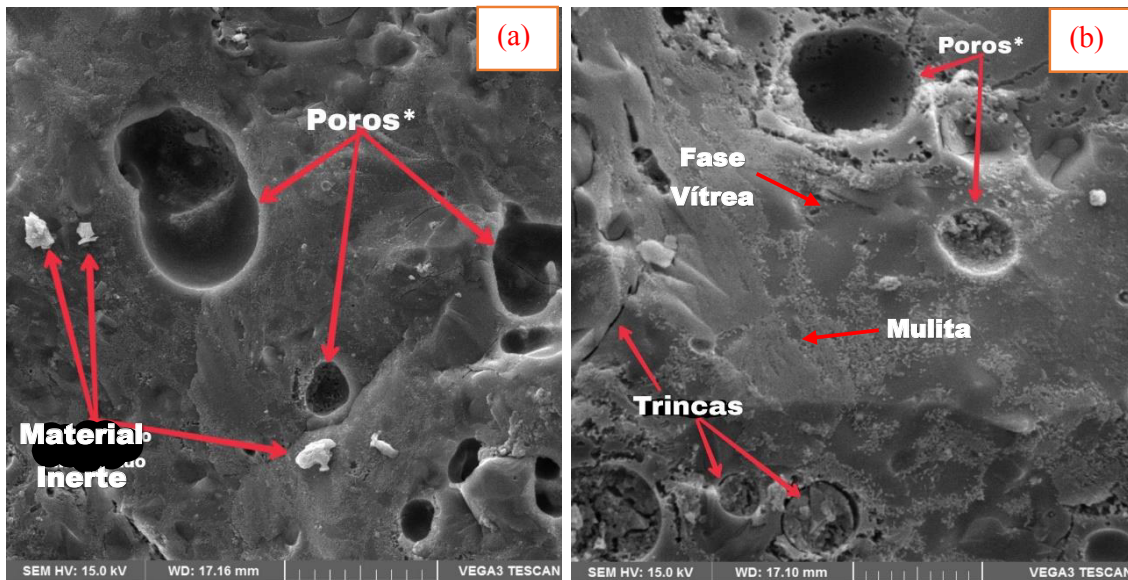


Fonte: Próprio autor

Nas imagens da Figura 20 (a) e 20 (b) é possível perceber uma evolução do tamanho dos poros nas composições com 4 e 6% de resíduo, respectivamente, quando comparadas com as imagens exibidas nas Figuras 19 (a) e 19 (b), com 0 e 4% de resíduo, nessa ordem. Com isso é possível identificar que há uma maior formação de gases com o aumento do teor de resíduo. Com o aumento dos poros, trincas começam a se tornar mais evidentes, fragilizando o material. Esse fato pode ser a causa da considerável queda de resistência à ruptura por flexão nas amostras a partir de 2% de resíduo adicionado (Figura 18), de quase 10 MPa, pois os poros favorecem o início da formação trincas, ao agirem como concentradores de tensão.

Com a Figura 20 ainda é possível notar que não há diferenças significativas entre as amostras com 4 e 6% de resíduo, mantendo o padrão já observado em todos os outros resultados dos ensaios realizados. A matriz vítrea formada nas duas composições apresenta formações de mulita (que serão melhor visualizadas a partir da Figura 22), próximas aos poros e às trincas, com morfologia semelhante a flocos dispersos em uma superfície lisa.

Figura 20 - MEV da superfície de fratura da amostra com 4 e 6% de resíduo, com ampliação de 3000 e 5000x, respectivamente.

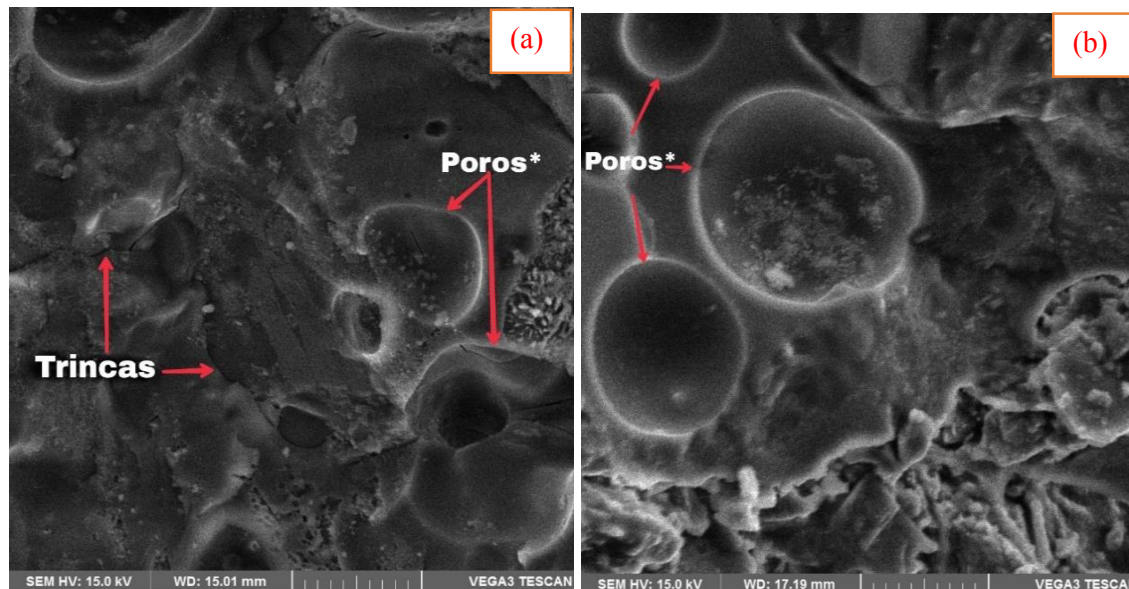


Fonte: Próprio autor

Na Figura 21(a) e 21(b) são exibidas as imagens de MEV dos corpos de prova com 8 e 10% de resíduo adicionados, respectivamente. Uma maior quantidade de poros, provavelmente originados de bolhas gasosas que surgiram durante sinterização, é perceptível. Por meios da observação da estrutura dessas amostras, pode-se explicar como os resultados dos ensaios de ambas se diferenciaram das demais, principalmente em relação à RL e à MEA. A queda nos valores de retração linear e de massa específica aparente observada, denota a dificuldade que o fluxo vítreo encontrou em diminuir o volume dos poros, uma vez que a pressão interna dos gases (originados por compostos voláteis) impediu o processo de densificação.

Uma causa provável para o aumento de poros originários da decomposição gasosa, à medida que mais resíduo foi incorporado, é o aumento da viscosidade do fluxo vítreo. O aumento expressivo da absorção de água à medida que mais resíduo foi introduzido na massa padrão, conforme observado na Figura 17, pode estar relacionado ao volume desses poros, proveniente da formação de gases resultantes da decomposição dos compostos do resíduo de alumina ativada.

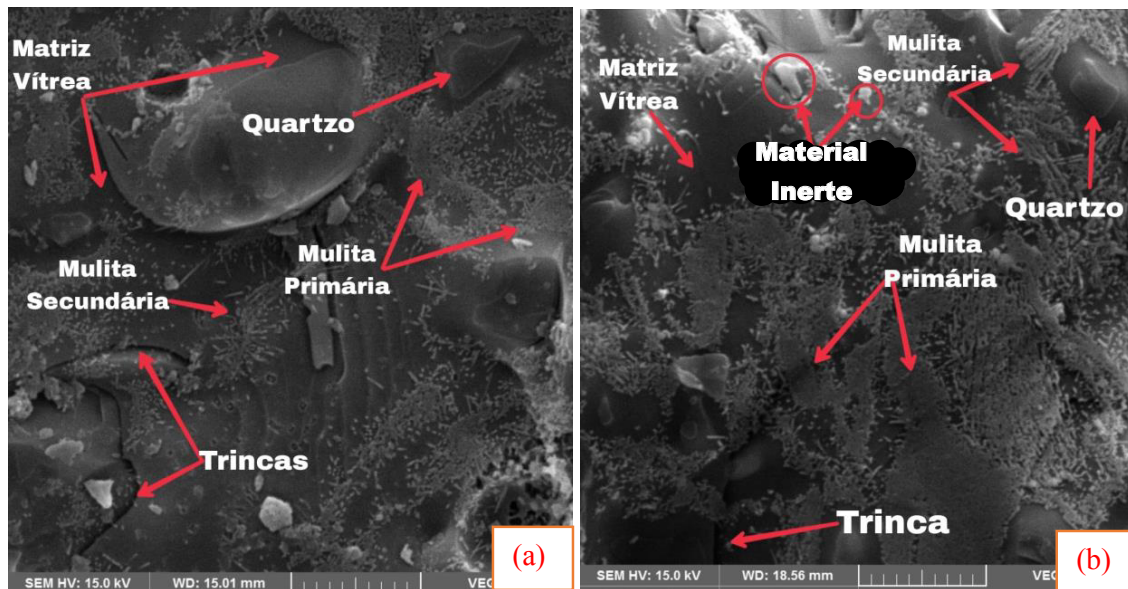
Figura 21 - MEV da superfície de fratura da amostra com 8 e 10% de resíduo, com ampliação 5000x.



Fonte: Próprio autor

Através das Figuras 22 (a) e 22 (b), pode-se observar, com o aumento da ampliação, as fases cristalinas presentes nas amostras estudadas. Na Figura 22 (a) é possível perceber uma matriz vítrea composta de cristais de mulita primária (em forma de flocos) e de mulita secundária (formato de agulhas), assim como quartzo e material inerte. Pode-se observar ainda trincas na estrutura. Na Figura 22 (b), relativa a amostra com 2% de resíduo incorporado na massa, é possível perceber uma maior quantidade tanto de mulita primária quanto de secundária, quando comparada com a amostra sem resíduo. É possível também observar a formação da mulita secundária (acicular) a partir das regiões com maior concentração de mulita primária, além de uma menor concentração de material inerte.

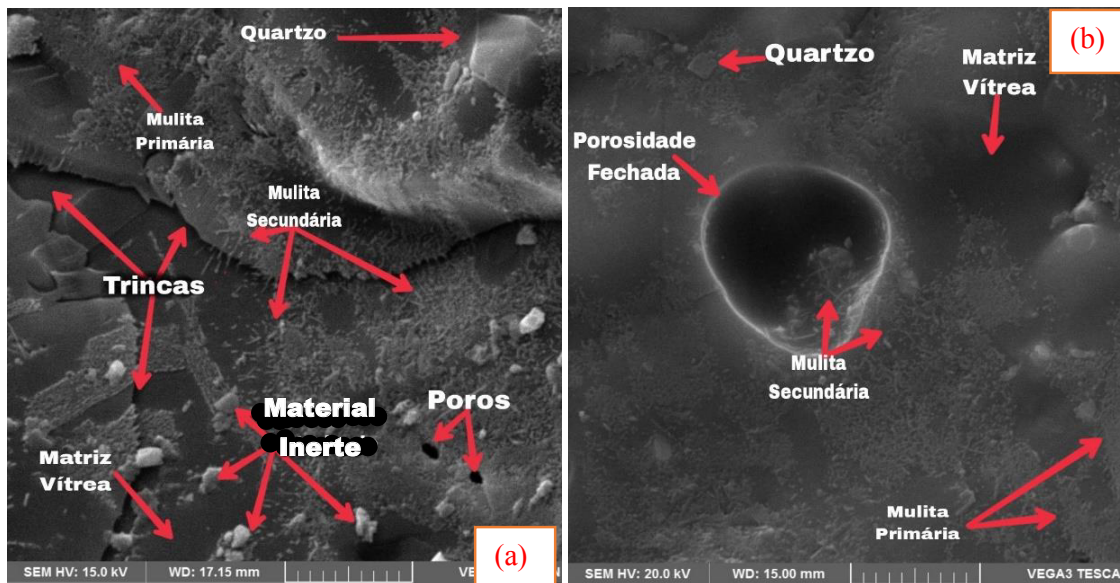
Figura 22 - MEV da superfície de fratura da amostra sem resíduo (a) e com 2% de resíduo (b), com ampliação 10000x.



Fonte: Próprio autor

As Figuras 23 (a) e 23 (b) apresenta o MEV da superfície de fratura das amostras com 4 e 6% de resíduo introduzido. É possível observa de presença de mulita primária e secundária, porém com a presença de trincas mais extensas (Figura 23 (a)), e de porosidade, resultante da decomposição de gases durante a sinterização (Figura 23 (b)). No poro destacado na Figura 23 (b), é possível ver que o fluxo vítreo preencheu parte da porosidade, mas conforme já explicado, a pressão interna exercida pelos gases dentro do poro impede a sua total eliminação pelo fluxo viscoso durante a sinterização de massas cerâmicas. A diminuição da resistência à flexão dessas amostras, quando comparadas às amostras sem e com 2% de resíduo, provavelmente está relacionada à presença dessas trincas e poros existentes, que fragilizam o material, interferindo em sua resistência.

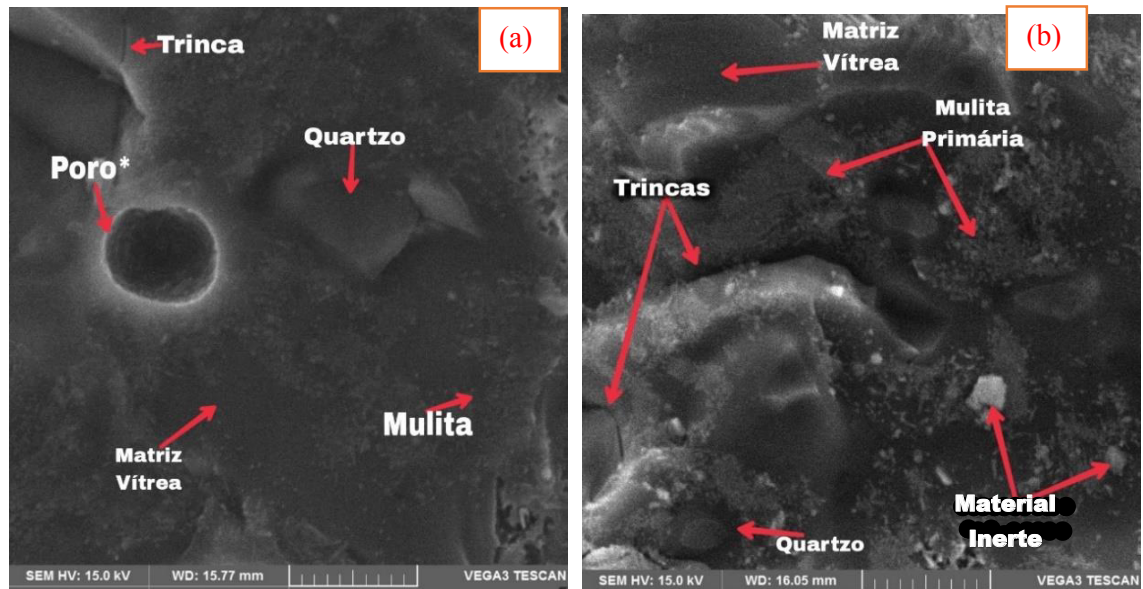
Figura 23 - MEV da superfície de fratura das amostras com 4 (a) e 6% de resíduo (b) incorporado, com ampliação 10000x.



Fonte: Próprio autor

As Figuras 24 (a) e 24 (b) apresentam as micrografias das amostras contendo 8 e 10% de resíduo, respectivamente. É possível notar uma diminuição da formação de fases cristalinas a partir da matriz vítrea, quando comparada às imagens das amostras sem e com resíduo até 6% incorporado. Esse fenômeno provavelmente está relacionado à estabilização da transformação de quartzo (SiO_2), provocado pela presença de metais pesados (Ti e V) presentes no resíduo de alumina, conforme registrado na análise química do resíduo. Além disso, a presença da maior quantidade de poros* (originados da expansão de gases durante a sinterização) e de trincas podem ter contribuído para a diminuição da TRF das amostras contendo 8 e 10% de resíduo, bem como da compacidade (menores MEA) e da retração linear, quando comparadas às amostras com menores teores de resíduo e sem resíduo.

Figura 24 - MEV da superfície de fratura das amostras com 8 (a) e 10% de resíduo (b) incorporado, com ampliação de 10000x.



Fonte: Próprio autor

CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES

Com o objetivo de avaliar a influência da adição de diferentes teores de resíduo de alumina ativada em massa padrão de porcelanato, pode-se concluir que:

- O resíduo de alumina, dentro dos percentuais de incorporação estudados, não alterou de forma significativa o comportamento da massa padrão ao ser introduzido na mesma, comprovando mais uma vez, dentre muitos outros trabalhos de pesquisa nessa área, o potencial de reaproveitamento de resíduos para a produção de cerâmicas;
- Os resultados dos ensaios de caracterização física das amostras não apresentaram diferenças significativas para os que são obtidos na indústria de revestimentos cerâmicos tipo porcelanato, apresentando em alguns casos, uma melhora de valores, conforme normas técnicas de referências;
- Tanto o resíduo de alumina ativada quanto os parâmetros de fabricação utilizados, tais como mistura, umidificação, homogeneização, pressão de compactação, secagem, bem como tempos e rampas de temperatura de sinterização foram satisfatórias e capazes de produzir um material relativamente de boa qualidade;
- A incorporação de resíduo de alumina ativada na massa padrão típica para porcelanatos apresentou, até a concentração de 2% em peso, a possibilidade de sua incorporação na fabricação desse tipo de revestimento;
- Para percentuais de resíduo superiores a 2% em peso, a viabilidade da sua incorporação em massas padrões deverá ser analisada para outros tipos de produtos cerâmicos, tais como grês e sem-grês, conforme normas técnicas que classificam tais materiais.

CAPÍTULO 7: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1 - Estudar a adição de resíduo de alumina em diferentes temperaturas, a fim de estudar a influência da temperatura nas propriedades relacionadas ao processo de vitrificação dos corpos de prova (RL, AA, PA, MEA, TRF), bem como no estudo de gresificação do material produzido através desse rejeito;

2 - Avaliar a incorporação de resíduo de alumina ativada, com concentrações de até 10%, em massas padrão previamente preparadas (percentuais de argila e fundentes diferentes daqueles utilizados para porcelanato), visando aproveitamento desse resíduo em diversos produtos da indústria cerâmica vermelha, como telhas e blocos de vedação;

3 - Pesquisar sobre a incorporação de resíduo de alumina ativada, com concentrações maiores que 10%, em massas padrão previamente preparadas (percentuais de argila e fundentes sendo variados), visando uma maior abrangência do aproveitamento desse resíduo em diversos produtos da indústria cerâmica, como refratários, porcelanas, entre outros;

4 - Examinar a influência de diferentes pressões de compactação nas propriedades de revestimentos cerâmicos com até 10% de resíduo de alumina ativada incorporados na massa padrão, como compacidade, absorção de água, porosidade aparente, retração linear;

5 - Analisar termicamente (ATG/DTG) o resíduo de alumina ativada, a fim de confirmar a presença de materiais voláteis, sugerindo um tratamento (como calcinação) para melhorar as propriedades dos materiais incorporados com esse resíduo;

6 - Realizar uma análise mais abrangente do porcelanato produzido a partir da incorporação de 2% de de alumina ativada na massa padrão típica para esse produto, através dos mesmos ensaios normatizados utilizados na indústria para aprovação dos porcelanatos produzidos, como ensaio de resistência a reagentes químicos, ensaio de expansão por umidade, ensaio de resistência a abrasão superficial, ensaio de resistência ao gretamento, ortogonalidade, análise visual, entre outros;

7 - Avaliar a utilização do resíduo de alumina ativada na fabricação de engobes da indústria de revestimentos cerâmicos.

8 - Pesquisar sobre a fabricação de porcelanato com resíduo de alumina ativada, em diferentes concentrações com ciclo de queima rápida, tal como na indústria.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAJO, M.F. **Manual Sobre Fabricación de Baldosas, Tejas y Ladrillos**. Barcelona: Ed. Beralmar S.A., 2000. 360p.

ABDRAKHIMOV, V. Z. Ecological and practical aspects of the use of high-alumina petrochemical waste products in the production of acid-resistant materials. **Refractories And Industrial Ceramics**, [S.L.], v. 51, n. 1, p. 52-55, 23 jun. 2010. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11148-010-9254-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11148-010-9254-0>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ABDRAKHIMOVA, E. S. Study of Acid-Resistant Material Properties Based on Nonferrous Metallurgy Waste Using Regression Analysis. **Refractories And Industrial Ceramics**, [S.L.], v. 56, n. 5, p. 510-516, jan. 2016. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11148-016-9878-9>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11148-016-9878-9>. Acesso em: 14 nov. 2022.

AGUIAR, M. C. de; GADIOLI, M. C. B.; SANT'ANA, M. A. K.; ALMEIDA, K. M. de; GIORI, A. J. N. **Processos de fabricação de cerâmica vermelha**. Rio de Janeiro: Cetem/McTi, 2022. 53 p. (Série Tecn). Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/2621>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ALVES JUNIOR, R. **Efeito de variáveis e tipos de secagem na eficiência de secagem de blocos cerâmicos de vedação**. 2016. 80 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016. Disponível em: https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/8464?locale=pt_BR. Acesso em: 15 nov. 2022.

AMANCIO, C. di C.; CHAGAS, T. de O.; COSENTINO, I.C.; GENOVA, L.A. Síntese e caracterização física e microestrutura de alumina mesoporosa ordenada. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 58., 2014, Bento Gonçalves. **Anais [...]**. [S.L.]: Associação Brasileira de Cerâmica, 2014. p. 804-815. Disponível em: <http://repositorio.ipen.br/handle/123456789/23281>. Acesso em: 15 nov. 2022.

AMARAL, A. R. **Estudo cinético e das isotermas de adsorção dos óleos de palma (*Elae guineensis*, Jacq.) e andiroba (*Carapa guianensis*, Aubl.) em γ -alumina e modelagem da dessorção com dióxido de carbono supercrítico**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará. Belém, 2013. Disponível em: <http://repositorio.ufpa.br/jspui/handle/2011/7699>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ANDRADE, A. de O.; SILVA, I. V. dos S.; VASCONCELOS, M. G.; VASCONCELOS, R. G. Cerâmicas odontológicas: classificação, propriedades e considerações clínicas. **Rev. Salusvita (Online)**, [S.L.], v. 36, n. 4, p. 1129-1152, jan. 2017. Disponível em: <https://pesquisa.bvsalud.org/portal/resource/pt/biblio-1022167>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ANDRADES, R. C.; MUNHOZ, A. H. J.; MIRANDA, L. F. de. Síntese de Gama-Alumina a partir de Pós Cerâmicos de Pseudoboemita Obtida pelo Processo Sol-Gel. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 59., 2015, Barra dos Coqueiros. **Anais [...]**. [S.L.]: Associação Brasileira de Cerâmica, 2015.

AQUINO, R. C. A. de. **Influência da secagem de massa de revestimento cerâmico em indústria e laboratório**. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal da Paraíba., João Pessoa, 2015. Disponível em: https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/123456789/14230?locale=pt_BR. Acesso em: 15 nov. 2022.

ARAÚJO, R.; DIAS, A.M.s.; GODOY, G. C. D. Estudo numérico da influência do coeficiente de atrito no ensaio de indentação em filmes finos. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 18, n. 1, p. 55-66, 2013. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-70762013000100008>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/QwKgk6n6VsPMktXN5fnzFHR/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ARAÚJO, R. dos S. G. de. **Estudo da adição de feldspato em massa cerâmica de telhas prensadas para produção de adoquim**. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí – IFPI, Teresina, 2019. Disponível em: <http://bia.ifpi.edu.br:8080/jspui/handle/123456789/786>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ARAÚJO, M. N. P.; DUARTE, C. R.; PRADO, A. C. de A. Avaliação do processo produtivo de uma olaria como alternativa para redução de perdas com produtos disformes. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 24, n. 4, p. 37-44, 2019. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2019.020>. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/doi/10.4322/cerind.2019.020>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ARAÚJO, M V.; DELGADO, J.M.P.Q.; LIMA, A.G. B. de. On the use of cfd in thermal analysis of industrial hollow ceramic brick. **Diffusion Foundations**, [S.L.], v. 10, p. 70-82, jun. 2017. Trans Tech Publications, Ltd. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/df.10.70>. Disponível em: <https://www.scientific.net/DF.10.70>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA – ABCERAM. (Brasil) (org.). **Informações técnicas**: definição e classificação. 2022. Disponível em: <https://abceram.org.br/definicao-e-classificacao/>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA – ABCERAM. (Brasil) (org.). **Matérias-primas naturais**. 2022. Disponível em: <https://abceram.org.br/materias-primas-naturais/#:~:text=De%20um%20modo%20geral%2C%20as,montmorilonita%20e%20compos,tos%20de%20ferro>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA – ABCERAM. (Brasil) (org.). **Processo de Fabricação**. 2022. Disponível em: <https://abceram.org.br/processo-de-fabricacao/>. Acesso em: 15 nov. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10004**: Resíduos sólidos – Classificação. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10006**: Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10007**: Amostragem de resíduos sólidos. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 10545**: Placas cerâmicas. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 10545-3**: Placas Cerâmicas – Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e massa aparente. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 10545-4**: Placas Cerâmicas – Parte 3: Determinação da carga de ruptura e módulo de resistência à flexão. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 13006**: Placas cerâmicas - Definições, classificação, características e marcação. 1 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2020.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS FABRICANTES DE CERÂMICA PARA REVESTIMENTO – ANFACER. Programa Setorial da Qualidade de Placa Cerâmica e Porcelanato passa por atualizações com o objetivo de alcançar 95% de conformidade. Disponível em: <https://www.anfacer.org.br/noticias/programa-setorial-da-qualidade-de-placa-ceramica-e-porcelanato-passa-por-atualizacoes-com-o-objetivo-de-alcancar-95-de-conformidade>. Acesso em: 15 nov. 2022.

AUERKARI, P. **Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics**. Espoo: Valtion Teknillinen Tutkimuskeskus (Vtt), 1996. 26 f.

BARGA, C.; FABBRO, T. dal; REIS, E A. P. dos. Cerâmica Vermelha: definição e aplicação. In: ETIC - ENCONTRO DE INICIAÇÃO, 12, 2016, Presidente Prudente. **Anais [...]**. Presidente Prudente: Faculdades Integradas Antonio Eufrásio de Toledo de Presidente Prudente-Sp, 2016. p. 1-15. Disponível em: <http://intertemas.toledoprudente.edu.br/index.php/ETIC/issue/view/81>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BAPTISTA JUNIOR, J. V.; ROMANEL, C. Sustentabilidade na indústria da construção: uma logística para reciclagem dos resíduos de pequenas obras. **Urbe - Revista Brasileira de Gestão Urbana**, [S.L.], v. 5, n. 480, p. 27-37, dez. 2013. Pontifícia Universidade Católica do Paraná - PUCPR. <http://dx.doi.org/10.7213/urbe.05.002.se02>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/urbe/a/cFjz9PTv7B8ppczGpNyTqPf/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

CIENTÍFICA, 12., 2016, Presidente Prudente. **Anais [...]**. Presidente Prudente: Faculdades Integradas Antonio Eufrásio de Toledo de Presidente Prudente - SP, 2016. p. 1-15. Disponível em: <http://intertemas.toledoprudente.edu.br/index.php/ETIC/issue/view/81>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BARBOSA, V. H. R.; MARQUES, M. E. S.; GUIMARÃES, A. C. R. Caracterização mineralógica de um solo do Acre visando à produção de agregados artificiais de Argila Calcinada para uso em pavimentos. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 23, n. 3, p. 1-11, 18

out. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620180003.0515>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/dVdn5Fcbdv9d3Hk5DQMNhK/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

BARBOZA, L. da S.; BATISTA, V. M.; NEVES, K. V.; SANTOS, R. S. Estudo da viabilidade da utilização de resíduos de polimento e retificação de cerâmica para fabricação de argamassa. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 25, n. 4, p. 1-17, jun. 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200004.1198>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BARRETO, F.; PORTELA, J. I.; FARIAS, D.; COSTA, J.; SOUZA, M.; GURGEL, G. Interações entre o conhecimento científico e saberes tradicionais na avaliação de consistência do solo. In: VI CLAA, X CBA E V SEMDF, 6., 2017, Brasília. **Anais [...]**. [S.L.]: Cadernos de Agroecologia, 2017. p. 1-6. Disponível em: <http://cadernos.abaagroecologia.org.br/cadernos/issue/view/1>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BELTRÁN, V.; FERRER, C.; BAGÁN, V.; SÁNCHEZ, E.; GARCÍA, J.; MESTRE, S. Influencia de las Características del Polvo de Prensas y de la Temperatura de Cocción Sobre la Microestructura Porosa y Resistencia a las Manchas de Baldosas de Gres Procelánico. In: QUALICER 96: IV WORLD CONGRESS ON CERAMIC TILE QUALITY, 4., 1996, Castellón. **Anais [...]**. [S.L.]: ITC, 1996. p. 137-152.

BERTOLDI, C. A. A Cerâmica como Elemento Facilitador do Processo de Aprendizagem do Uso de Modelos Físicos como Ferramenta de Projeto. **Revista de Graduação Usp**, [S.L.], v. 2, n. 2, p. 91-97, 4 jul. 2017. Universidade de São Paulo, Agência USP de Gestão da Informação Acadêmica (AGUIA). <http://dx.doi.org/10.11606/issn.2525-376x.v2i2p91-97>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.11606/issn.2525-376x.v2i2p91-97>. Acesso em: 14 nov. 2022.

BIFFI, Giovanni. **O Grês Porcelanato**: manual de fabricação e técnicas de emprego. Rio Claro: Faenza Editrice do Brasil, 2002. 262 p.

BORGES, A. N. **Estudo do aproveitamento de resíduos PAE no desenvolvimento de materiais cerâmicos**. 2014. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/20670>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BRASIL. SERVIÇO GEOLÓGICO DO BRASIL (CPRM). **Minerais Argilosos**. 2014. Pércio de Moraes Branco. Disponível em: <http://www.cprm.gov.br/publique/SGB-Divulga/Canal-Escola/Minerais-Argilosos-1255.html>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BRASIL. M. W. Serviço Geológico do Brasil (CPRM). **2001 - 2022 Glossário Geológico Ilustrado**. 2022. Disponível em: <http://sigep.cprm.gov.br/glossario/>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BRETZKE, P. E. **Argilominerais**: soluções tecnológicas para o aumento da eficácia, segurança e aplicações como ingrediente cosmético. 2022. 166 f. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade do Vale do Itajaí, Itajaí, 2022. Disponível em: <https://www.univali.br/pos/doutorado/doutorado-em-ciencias-farmaceuticas/teses-defendidas/Paginas/default.aspx>. Acesso em: 15 nov. 2022.

BROSNAN, D. A.; ROBINSON, G. C. **Introduction to Drying of Ceramics**: with laboratory exercises. United States Of America: Wiley-American Ceramic Society, 2003. 278 p.

CABRAL JUNIOR, M.; AZEVEDO, P. B. M. de; CUCHIERATO, G.; MOTTA, J. F. M. Estudo Estratégico da Cadeia Produtiva da Indústria Cerâmica no Estado de São Paulo: parte i introdução e a indústria de cerâmica vermelha. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 24, n. 1, p. 20-34, jan. 2019. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2019.003>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2019.003>. Acesso em: 14 nov. 2022.

CALARESI, A. C. M. A.; MATOS, C. M.; VALENZUELA, M. das G. da S.; VALENZUELA, M. das G. da S.; SAYEG, I. J.; DIAZ, F. R. V. Relação das propriedades de três argilas caulínicas com o teor de matéria orgânica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 58., 2014, Bento Gonçalves. **Anais [...]**. [S.L.]: Associação Brasileira de Cerâmica, 2014. p. 380-388.

CALLISTER JR, W.; RETHWISCH, D. **Ciência e Engenharia de Materiais**: uma introdução. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 884 p.

CARGNIN, M.; CUSTÓDIO, A.; DUARTE, M.; DACOREGGIO, R. P. Estudo da compactação de massas para cerâmica vermelha. In: 10 SIMPÓSIO DE INTEGRAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DO SUL CATARINENSE – SICT-SUL, 1., 2012, Criciúma. **Anais [...]**. [S.L.]: Rev. Técnico Científica (Ifsc), 2012. p. 215-225. Disponível em: <http://criciuma.ifsc.edu.br/anais-sict-sul/edicoes-anteriores-2/anais-sict-sul-2012/>. Acesso em: 15 nov. 2022.

CARNAÚBA, T. M. G. V. **Desenvolvimento de suporte para placa de revestimento cerâmico com incorporação do resíduo sólido do tratamento de salmoura**. 2018. Tese (Doutorado em Materiais) - Programa de Pós- Graduação em Materiais, Universidade Federal de Alagoas. Maceió, 2018. Disponível em: http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UFAL_3942a898ebaf1eee4d2093f9eb40fc58. Acesso em: 14 nov. 2022.

CASAGRANDE, M. Ca.; SARTOR, M N.; GOMES, V.; DELLA, V. P.; DELLA, V. P.; OLIVEIRA, A. P. N. de. Reaproveitamento de Resíduos Sólidos Industriais: processamento e aplicações no setor cerâmico. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 13, n. 1/2, p. 34-42, abr. 2008. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/587657347f8c9d6e028b4735>. Acesso em: 14 nov. 2022.

CORRÊA, H.; COSTA, K. M. B. da; SANTOS, M. L. dos; SANTOS, M. L. dos; MANCIO, A. A.; MOTA, S. A. P.; MACHADO, N. T. Adsorção de ácidos graxos livres presentes em biocombustíveis empregando lama vermelha e alumina ativadas termicamente como adsorventes. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 10., 2015, Florianópolis. **Proceedings [...]**. [S.L.]: Blucher Proceedings, 2015. p. 14722-14729. Disponível em: <https://www.proceedings.blucher.com.br/article-list/cobeq2014-245/list#articles>. Acesso em: 15 nov. 2022.

CROZETTA, J. R.; NANDI, V. de S; ROSSO, F.; ZACCARON, A. Influência da Granulometria na Plasticidade e Retração de Secagem das Argilas. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 21, n. 1, p. 21-29, fev. 2016. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2016.002>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2016.002>. Acesso em: 14 nov. 2022.

CRUZ, C. M.; OLIVEIRA, D. C.; FAUSTINO, L. M.; ROVERI, C. D.; MAESTRELLI, S. C. Uso de nefelina como fonte alternativa de álcalis em porcelanatos: caracterização reológica e física. **Cerâmica**, [S.L.], v. 64, n. 370, p. 230-235, jun. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643702245>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/LvmsQx6hN8HjdkG64nWHLcH/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

CRUZ, R T. da; PEDRASSANI, J.; BRAGANÇA, S R. Matérias-primas e moagem. **Faianças, Grês e Porcelanas**, [S.L.], p. 53-107, jan. 2022. Científica. <http://dx.doi.org/10.29327/564493.1-2>. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/249681?show=full>. Acesso em: 14 nov. 2022.

DIAO, J; SHAO, L.; LIU, D.; QIAO, Y.; TAN, W.; WU, L.; XIE, B. Removal of Phosphorus from Leach Liquor of Steel Slag: adsorption dephosphorization with activated alumina. **Jom**, [S.L.], v. 70, n. 10, p. 2027-2032, 9 ago. 2018. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-018-3076-9>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-018-3076-9>. Acesso em: 14 nov. 2022

DOMINGUINI, L.; MENEGARO, D. A.; MIGUEL, T. F.; BÓ, M. dal. Utilização de resíduos de materiais cerâmicos na adsorção de corante azul de metileno. **Cerâmica**, [S.L.], v. 60, n. 354, p. 218-222, jun. 2014. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000200009>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/5L9HPXTbcqGvCfzgjgVTqm/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

EMILIANI, G. P.; CORBARA, F. **Tecnologia ceramica: la lavorazione**. 2. ed. Faenza: Faenza (Gruppo Editoriale), 2010. 352 p.

ESCARDINO, A.; AMORÓS, J.L.; ORTS, M.J.; GOZALBO, A.; MESTRE, S.; APARISI, J.; FERRANDO, F.; SÁNCHEZ, L. Porosidade Superficial de Vidrados Polidos: influência de algumas variáveis. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 7, n. 2, p. 14-24, mar. 2002. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/journal/ci/article/587657117f8c9d6e028b4667>. Acesso em: 14 nov. 2022.

FEIL, A. A.; STRASBURG, V. J.; SCHREIBER, D. Análise dos eventos históricos para a concepção dos termos sustentabilidade e desenvolvimento sustentável. **REDE - Revista Eletrônica do PRODEMA**, Fortaleza, v. 10, n. 1, mar. 2016. ISSN 1982-5528. Disponível em: <http://www.revistarede.ufc.br/rede/article/view/308>. Acesso em: 14 nov. 2022.

FIGUEIREDO, J. M. R.; FERNANDES, I. M. M.; SILVA, V. J.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C.; SANTANA, L. N. L. Influência da composição e das variáveis de processamento de formulações à base de argilas - uso em m. **Cerâmica**, [S.L.], v. 64, n. 369, p. 10-19, mar. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643692169>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/f75ZJ4SLCmNnCfr6xzzHyBk/?lang=pt>. Acesso em: 14 nov. 2022.

FONSECA, M. H. de F.; BARBOSA, M. P. S.; VILAR, Z. T.; LUCENA JUNIOR, U. P. de; LOBO, C. J. de S. Estudo da influência da porosidade em materiais cerâmicos. In: 22

CBECIMAT - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 22., 2016, Natal. **Anais [...]**. [S.L.]: Cbecimat, 2016. p. 1341-1352.

FULGÊNCIO, E. B. G. A.; MEDEIROS, F. K. de; CARTAXO, J. M.; DUTRA, R. P. S.; MACEDO, D. A.; CAMPOS, L. F. A. Estudo da incorporação de pó de concha de marisco em massa de porcelanato. **Cerâmica**, [S.L.], v. 64, n. 371, p. 381-387, set. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643712368>.

GARCIN, E.; CARTIER, C.; QUEMERE, E. **Alumina-based adsorbents for the purification of polyolefins**. Titular: Rhone-Poulenc Chimie. UNITED STATES n. US-5288849-A. Depósito: 18 jan. 1989. Concessão: 22 fev. 1994.

GEORGE, S.; PANDIT, P.; GUPTA, A.B. Residual aluminium in water defluoridated using activated alumina adsorption – Modeling and simulation studies. **Water Research**, [S.L.], v. 44, n. 10, p. 3055-3064, maio 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2010.02.028>. Acesso em: 14 nov. 2022. Acesso em: 14 nov. 2022.

GOMEZ, R. S.; MAGALHÃES, H. L. F.; PORTO, T. R. N.; LIMA, E. S de; SANTANA, R. A. C. de; GOMES, K. C.; LIMA, W. M. P. B. de; LIMA, A. G. B de. Processo de secagem de materiais cerâmicos argilosos: uma revisão. **Research, Society And Development**, [S.L.], v. 9, n. 11, p. 1-37, 3 dez. 2020. Research, Society and Development. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v9i11.10300>. Disponível em: <https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/10300>. Acesso em: 14 nov. 2022.

GONÇALVES, J. N. **Uso de resíduos de queima de casca de café e argila da região sul da Bahia na obtenção de isolador elétrico cerâmico**. 2015. 149 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015. Disponível em: <http://www.sbicafe.ufv.br/handle/123456789/12113>. Acesso em: 15 nov. 2022.

GONÇALVES, P. R. de L. C; CASTRO JUNIOR, M C.; SALES, F. H. S. Propriedades Elétricas e Microestruturais da Alumina Dopada com Nióbia. **Holos**, [S.L.], v. 7, p. 1-17, 31 dez. 2020. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN). <http://dx.doi.org/10.15628/holos.2020.9243>. Acesso em: 14 nov. 2022. Acesso em: 14 nov. 2022.

GUILHON, D.; SANTOS, D. M dos; FARIAS, J. A. Avaliação da Cerâmica Vermelha de Rosário (MA) a partir da Adição de Fino de Rochas Ornamentais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM DESIGN, 12., 2016, Belo Horizonte. **Proceedings [...]**. [S.L.]: Blucher Proceedings, 2016. p. 4176-4187. Disponível em: <https://www.proceedings.blucher.com.br/article-list/ped2016-277/list#articles>. Acesso em: 15 nov. 2022.

HENRIQUE, B. R.; WEBER, M. S. W. “Das cavernas à era digital: a evolução da escrita”: projeto de pesquisa sobre a evolução da escrita e letramento. **Revista Saberes em Foco**, [S.L.], v. 3, n. 1, p. 275-286, out. 2020. Disponível em: <https://www.novohamburgo.rs.gov.br/smed/revista-saberes-foco/revista-saberes-foco-v3-n1>. Acesso em: 14 nov. 2022.

INOCENTE, J. M.; NANDI, V. de S.; ROSSO, F.; OLIVEIRA, A. de; ZACCARON, A. Estudo de Recuperação de Resíduos Vítreos da Formulação de Cerâmica Vermelha. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 23, n. 3, p. 34-39, 2018. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2018.004>. Acesso em: 14 nov. 2022.

JIN-FENG, P.; WU, R.; CHEN, X. Preparation of benzene adsorption materials using waste activated alumina. **Journal Of Shanghai Jiaotong University (Science)**, [S.L.], v. 17, n. 3, p. 373-376, jun. 2012. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s12204-012-1290-0>. Acesso em: 14 nov. 2022.

JITSANGIAM, P.; NIKRAZ, H. Coarse bauxite residue for roadway construction materials. **International Journal Of Pavement Engineering**, [S.L.], v. 14, n. 3, p. 265-273, abr. 2013. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2012.705843>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2012.705843>. Acesso em: 14 nov. 2022.

KHALILI, K.; BAGHERIAN, M.; KHISHEH, S. Numerical Simulation of Drying Ceramic Using Finite Element and Machine Vision. **Procedia Technology**, [S.L.], v. 12, n. 1, p. 388-393, jan. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.protcy.2013.12.504>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212017313006890?via%3Dihub>. Acesso em: 14 nov. 2022.

KAISER, G.; MOUKHINA, E.; RAPP, D.; THELEN, M. Previsão do comportamento de sinterização de louça de mesa para uma produção econômica e efetiva. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 22, n. 3, p. 13-17, jun. 2017. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2017.021>. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/doi/10.4322/cerind.2017.021>. Acesso em: 14 nov. 2022.

KAYACI, K.; YILDIZ, Y.; TARHAN, M.; DURGUT, E. Comparação entre as Tecnologias de Moagem a Seco como Referência para os Parâmetros Tecnológicos do. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 22, n. 1, p. 7-14, fev. 2017. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2017.009>. Disponível em: <https://ceramicaindustrial.org.br/pdf/v22n1/v22n1a01.pdf>. Acesso em: 14 nov. 2022.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to Ceramics**. 2. ed. New York: Wiley-Interscience, 1976. 1056 p.

LEVIN, I.; BRANDON, D. Metastable Alumina Polymorphs: crystal structures and transition sequences. **Journal Of The American Ceramic Society**, [S.L.], v. 81, n. 8, p. 1995-2012, 20 jan. 2005. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x>. Disponível em: <https://ceramics.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x>. Acesso em: 14 nov. 2022.

LIVRAMENTO, A. do; NAZÁRIO, M. M.; DOMINGOS, R. A.; NONI JUNIOR, A. de; TASSI, R.; CARGNIN, M. Reformulação de Massas para Pavimentos Cerâmicos Fabricados pelo Processo de Monoqueima. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 22, n. 5-6, p. 33-40, dez. 2017. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2017.027>. Disponível em: <https://ceramicaindustrial.org.br/article/doi/10.4322/cerind.2017.027>. Acesso em: 14 nov. 2022.

MACHADO, T. G.; GOMES, U. U.; MONTEIRO, F. M.; VALCACER, S. M.; SILVA, G. G. da. Analysis of the Incorporation of Scheelite Residue in Kaolinitic Clay of Boa Saúde-RN. **Materials Science Forum (Online)**, [S.L.], v. 727/728, n. 1, p. 844-849, ago. 2012. Disponível em: <https://www.scientific.net/MSF.727-728.844>. Acesso em: 14 nov. 2022.

MACEDO, R. S.; SANTANA, L. N. L.; CALDAS, R. K. B.; CALDAS, R. K. B.; SILVA, B.J.; B. NETO, J. L. Estudo comparativo entre métodos de determinação da plasticidade em argilas vermelhas do estado da Paraíba. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 55., 2011, Porto de Galinhas. **Anais [...]**. [S.L.]: Associação Brasileira de Cerâmica, 2011. p. 976-984. Disponível em: <https://www.scientific.net/MSF.727-728.844>. Acesso em: 14 nov. 2022.

MARÇAL, R. L. S. B.; LOURO, L. H. L. Freeze casting: uma alternativa moderna ao processamento cerâmico. **Revista Militar de Ciência e Tecnologia**, [S.L.], v. 33, n. 1, p. 28-32, jan. 2016. Disponível em: https://rmct.ime.eb.br/vol_XXXIII_1tri_2016_web.html. Acesso em: 14 nov. 2022.

MATENCIO, T. Importância dos materiais cerâmicos na nossa sociedade. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 25, n. 1, p. 1-2, jan. 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.1001>. Acesso em: 14 nov. 2022.

MATOS, C. M.; CUNHA, M. K. M. da; KOZIEVITCH, V. de F. J.; SAYEG, I. J.; ANDRADE, C. G. B.; SILVA-VALENZUELA, M. das G. da; VALENZUELA DÍAZ, F. R. Purificação de uma argila caulinitica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 55., 2014, Bento Gonçalves. **Anais [...]**. São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2014. p. 369-379. Disponível em: <https://repositorio.usp.br/item/002507016>. Acesso em: 15 nov. 2022.

MÖRTEL, H., HEIMSTADT, K. Ceramics. **Werkstoffe und Korrosion Materials and Corrosion**, [S.L.], v. 45, pp. 128-136, 1994

NANDI, V. de S.; VICENTE, C. A.; SILVA, A. L. da; RUBEM, O. Influência do Teor de Umidade das Matérias-Primas no Tempo de Escoamento das Barbotinas. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 16, n. 4, p. 30-32, ago. 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/326815888_Influencia_do_Teor_de_Umidade_das_Materias-Primas. Acesso em: 14 nov. 2022.

OLIVEIRA, A. P. N. de; HOTZA, D. **Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos**. 2. ed. Florianópolis: Ed. da Ufsc, 2015. 118 p. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/187929?show=full>. Acesso em: 15 nov. 2022.

OLIVEIRA, C. F. de. **Influência do Teor de Feldspato Espodumênio e Albita na Sinterização de Uma Massa Cerâmica Triaxial**. 2012. 105 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de São João Del-Rei, São João Del-Rei, 2012. Disponível em: https://silo.tips/queue/camila-felippe-de-oliveira?&queue_id=-1&v=1668634832&u=MjgwNDoxNGQ6NzI4Mzo5NTNiOjVkJmMjA6MjQ2NTto4MWVkJk2MDc=. Acesso em: 15 nov. 2022.

OLIVEIRA, M. O. de; MUNHOZ JÚNIOR, A. H. Obtenção de gama alumina a partir de pseudoboemitas envelhecidas. In: XII JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E VI MOSTRA DE INICIAÇÃO TECNOLÓGICA, 12., 2016, São Paulo. **Anais [...]**. São Paulo: Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2016. p. 1-10.

PALMA, A. J. R.; PASKOCIMAS, C. A. Incorporação de resíduos cerâmicos na formulação da argila-padrão do isolador cerâmico de velas de ignição. **Scientia: Revista Científica Multidisciplinar**, [S.L.], v. 6, n. 1, p. 125-141, jan. 2021. Disponível em: <https://www.revistas.uneb.br/index.php/scientia/article/view/9420>. Acesso em: 14 nov. 2022.

PARANHOS, R. J. S. **Uso da cinza do bagaço da cana-de-açúcar como matéria-prima na substituição dos fundentes para aplicações em porcelanato**. 2015. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/19889>. Acesso em: 15 nov. 2022.

PEREZ, F. Fundentes: como escolher e como usar. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 13, n. 4, p. 31-35, ago. 2008. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/journal/ci/article/587657367f8c9d6e028b4744>. Acesso em: 14 nov. 2022.

PINHEIRO, B. C. A.; MENDES, R. B.; GUIMARÃES, L. H.; BATISTA, F. E. A. Emissão de CO₂ durante a queima de grês porcelanato incorporado com resíduo de petróleo e evolução d. **Concilium**, [S.L.], v. 22, n. 4, p. 485-498, 25 jun. 2022. Uniao Atlantica de Pesquisadores. <http://dx.doi.org/10.53660/clm-367-367>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.53660/clm-367-367>. Acesso em: 14 nov. 2022.

PINHEIRO, D.; PINHEIRO, A.; PIQUET, A.B.; MARTE, M.C. Adsorção de cu²⁺ em alumina de transição obtida a partir da mistura de gibbsita e hidróxido de alumínio gel. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 56., 2016, Bélem. **Anais [...]**. [S.L.]: CBQ, 2016. Disponível em: <https://www.abq.org.br/cbq/2016/trabalhos/12/10299-23085.html>. Acesso em: 15 nov. 2022.

POKHARA, P.; EKAMPARAM, A. S.; GUPTA, A. B.; RAI, D. C.; SINGH, A. Activated alumina sludge as partial substitute for fine aggregates in brick making. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 221, p. 244-252, out. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.06.002>. Acesso em: 14 nov. 2022.

RANGEL, B. F.; VIANA, M. M.; FONSECA, M. V. A.; DWECK, J.; TAVARES, L. M. Thermal characterization of a new green ceramic material by heating microscopy, thermogravimetry and. **Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry**, [S.L.], v. 121, n. 1, p. 115-125, 1 mar. 2015. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-015-4496-1>. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/272947055>. Acesso em: 14 nov. 2022.

RIBEIRO, M. J. P.M.; ABRANTES, J. C. C. Moagem em Moinho de Bolas: estudo de algumas variáveis e otimização energética do processo. **Cerâmica Industrial**, [S.L.], v. 6, n. 2, p. 7-11, abr. 2001. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/5876570b7f8c9d6e028b4640>. Acesso em: 14 nov. 2022.

RIO GRANDE DO SUL (Estado). **Boletim técnico**: processamento cerâmico a seco. Rio Grande do Sul: Instituto de Materiais Cerâmicos, 2010. 22 p.

SANTOS, O. C. **Formulação de bloco intertravado cerâmico com adição de resíduos urbanos e industriais**. 2013. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/12832?mode=full>. Acesso em: 15 out. 2022.

SANTOS, P.S. **Ciência e tecnologia das argilas**. São Paulo: Edgard Blucher, 1989. 408p.

SASSAKI, C. C. F. **Avaliação dos fatores de deslocamento de revestimentos cerâmicos em fachadas de edifícios na cidade de Curitiba - PR**. 2017. Monografia (Especialização em Patologias das Construções) - Departamento Acadêmico de Construção Civil – DACOC, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2017. Disponível em: <http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/19801>. Acesso em: 15 nov. 2022.

SCHARNBERG, A. R. A.; PREIBBNOW, A. V.; ARCARO, S.; SILVA, R. M. da; SANTOS, P. A. M. dos; BASEGIO, T. M.; RODRIGUEZ, A. A. L. Avaliação da adição de resíduos de vidro sodo-cálcico e erva-mate em matriz cerâmica. **Cerâmica**, [S.L.], v. 65, n. 373, p. 63-69, jan. 2019. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132019653732466>.

SCHMITT, D. V.; AVELLO, A. S. Por uma história moldada na argila: o uso de oficina de cerâmica para conhecer diferentes culturas. **Revista Latino-Americana de História**, [S.L.], v. 2, n. 6, p. 495-506, ago. 2013. Disponível em: <https://revistas.unisinos.br/rla/index.php/rla/article/view/211>. Acesso em: 14 nov. 2022.

SCHULLER, D.; BIANCHI, E. C.; AGUIAR, P. R. Influência de defeitos e diferentes processos de fabricação nas propriedades mecânicas finais de cerâmicas. **Cerâmica**, [S.L.], v. 54, n. 332, p. 435-442, dez. 2008. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132008000400008>. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132008000400008>. Acesso em: 14 nov. 2022.

SEGADÃES, A. M. **Diagramas de fases: teoria e aplicação e cerâmica**. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1987

SENO JUNIOR, R.; MORENO, R. A.; FRANCO, T. T.; FREITAS, A. R. de; ESCOBAR, E. M. Adição de filtrado industrial na precipitação de hidrato de alumina no processo bayer. In: 35º SEMINÁRIO DE BALANÇOS ENERGÉTICOS GLOBAIS E UTILIDADES E 29º ENCONTRO DE PRODUTORES E CONSUMIDOR, 35., 2014, São Paulo. **Proceedings [...]**. [S.L.]: Abm, 2014. p. 150-156. Disponível em: <https://abmproceedings.com.br/ptbr/article/adio-de-filtrado-industrial-na-precipitao-de-hidrato-de-a>. Acesso em: 15 nov. 2022.

SHACKELFORD, J. F.; DOREMUS, R. H. **Ceramic and Glass Materials: structure, properties and processing**. New York: Springer, 2008. 202 p

SILVA, A. A. M. da; SOBRAL, I. B. de S.; MONTEIRO, D. de O.; SANTOS, J. da C.; SOUSA, L. M. R. de; SOARES, R. A. L. Estudo granulométrico de massas cerâmicas de tijolos produzidos no Piauí. In: XX INIC, XVI EPG, X INIC JR. E VI INID, 10., 2016, São José dos Campos. **Anais [...]**. [S.L.]: Univap, 2016. p. 1-4. Disponível em: https://www.inicepg.univap.br/cd/INIC_2016/anais/trabalhos_engenharias.html. Acesso em: 15 nov. 2022.

SILVA, A.L.; BERNARDIN, A.M. Problemas no transporte vertical de pó atomizado com ar comprimido. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 57., 2013, Natal. **Anais [...]**. [S.L.]: Associação Brasileira de Cerâmica, 2013. p. 1972-1983.

SILVA, C. da; BLEICHVEL, N. C. T. Estudo de caso: patologias ocasionadas pela umidade em edificação na cidade de Caçador - SC. **Ignis**, Caçador, v. 9, n. 3, p. 33-51, dez. 2020. Disponível em: <https://periodicos.uniarp.edu.br/index.php/ignis/article/view/2579>. Acesso em: 14 nov. 2022.

SILVA, D. A. da; ANDRADE, T. A. G. Aspectos e Impactos da Atividade de Cerâmica no Município de Paraíba do Sul/RJ. In: SIMPÓSIO DE GESTÃO AMBIENTAL E BIODIVERSIDADE, 5., 2016, Três Rios. **Anais [...]**. [S.L.]: UFRRJ, 2016. p. 221-226. Disponível em: <https://itr.ufrrj.br/sigabi/anais/5o-sigabi/>. Acesso em: 15 nov. 2022.

SILVA, G. P. de B.; ARAUJO, M. S. G. de; SANTOS, R. de S.; FREITAS, F. R. D. de; MARINHO, R. M. de M. O Uso de Resíduos Sólidos como Forma Alternativa para Aplicação na Indústria Cerâmica com Foco na Redução dos Impactos Ambientais. In: ENCONTRO NACIONAL DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO, 35., 2015, Fortaleza. **Anais [...]**. [S.L.]: Abepro, 2015. p. 1-13. Disponível em: <https://www.abepro.org.br/publicacoes/index.asp?ano=2015>. Acesso em: 15 nov. 2022.

SILVA, R. H. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C.; SANTANA, L. N. L.; SANTANA, L. N. L.; MENEZES, R. R. Uso de dióxido de silício em massas cerâmicas para grés sanitários. **Cerâmica**, [S.L.], v. 65, n. 373, p. 1-12, jan. 2019. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132019653732443>. Disponível em: <https://www.scielo.br/pdf/ce/v65n373/1678-4553-ce-65-373-1>. Acesso em: 14 nov. 2022.

SOARES, I. R.; BORBA, C. Inchamento de argilas, deformação e solubilização de sais: um contexto da sua ocorrência. **Ideias e Inovação - Lato Sensu**, Aracaju, v. 4, n. 1, p. 31-38, 15 nov. 2022. Disponível em: <https://periodicos.set.edu.br/ideiaseinovacao/article/view/5071>. Acesso em: 14 nov. 2022.

SOUSA, J. B. M. de. **Aproveitamento de resíduos de caulim e granito na formulação de massas cerâmicas para fabricação de grés porcelanato**. 2014. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2014. Disponível em: <http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/xmlui/handle/riufcg/2065?show=full>. Acesso em: 15 nov. 2022.

SOUZA, M. M. de; BEZERRA, J. P.; FRANCISCO, W. K. da Silva; FRANCISCO, W. K. da S.; MENDES, L. J. D. B. Avaliação do potencial de adição do resíduo de quartzito em substituição ao quartzo na formulação da. In: 2º CONGRESSO SUL-AMERICANO DE RESÍDUOS SÓLIDOS E SUSTENTABILIDADE, 2., 2019, Foz do Iguaçu. **Anais [...]**. [S.L.]: Instituto Brasileiro de Estudos Ambientais (Ibeas), 2019. p. 1-7. Disponível em: <https://www.ibeas.org.br/conresol/2conresol.htm>. Acesso em: 15 nov. 2022.

TORRES, C. I.; RENDTORFF, N. M.; RENDTORFF, N. M.; RENDTORFF, N. M.; RENDTORFF, N. M. Comparative evaluation of properties of a clay based ceramic shaped via four techniques. **Cerâmica**, [S.L.], v. 64, n. 370, p. 176-182, jun. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643702270>. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/ce/a/JGpwNqjXvbDxd7jBVTbgV7Q/?lang=en>. Acesso em: 14 nov. 2022.

VILARDO, N. V.; SILVA, C. A. da; MIRANDA, P. E. V. de. Preparação de eletrólito por colagem de fita para aplicação em pilha a combustível de óxido sólido. In: 67° CONGRESSO DA ABM - INTERNACIONAL / 12° ENEMET - ENCONTRO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA METALÚRGICA, DE MATERIAIS E DE MINAS, 67., 2012, São Conrado. **Anais [...]**. [S.L.]: Blucher Proceedings, 2012. p. 4197-4205. Disponível em: <https://abmproceedings.com.br/ptbr/publications/anais-do-congresso-anual-da-abm/events>. Acesso em: 15 nov. 2022.

WANG, X.; ATKINSON, A. On the measurement of ceramic fracture toughness using single edge notched beams. **Journal Of The European Ceramic Society**, [S.L.], v. 35, n. 13, p. 3713-3720, nov. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.05.005>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.05.005>. Acesso em: 14 nov. 2022.

WANG, Y.; ZHANG, T.; LYU, G.; GUO, F.; ZHANG, W.; ZHANG, Y. Recovery of alkali and alumina from bauxite residue (red mud) and complete reuse of the treated residue. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 188, p. 456-465, jul. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.009>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652618310217?via%3Dihub>. Acesso em: 14 nov. 2022.

ZHANG, F.; VANMEENSEL, K.; INOKOSHI, M.; BATUK, M.; HADERMANN, J.; VAN MEERBEEK, B.; NAERT, I.; VLEUGELS, J. 3Y-TZP ceramics with improved hydrothermal degradation resistance and fracture toughness. **Journal Of The European Ceramic Society**, [S.L.], v. 34, n. 10, p. 2453-2463, set. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.02.026>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.02.026>. Acesso em: 14 nov. 2022.