

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

VALTER ANTONIO RUY

**REAPROVEITAMENTO DO REJEITO DE ENRIQUECIMENTO DO MINÉRIO DE
FERRO - LODO DE MARIANA, MG - PARA A PRODUÇÃO DE CERÂMICA
AMBIENTALMENTE CORRETA**

CURITIBA

2022

VALTER ANTONIO RUY

**REAPROVEITAMENTO DO REJEITO DE ENRIQUECIMENTO DO MINÉRIO DE
FERRO - LODO DE MARIANA – MG, PARA A PRODUÇÃO DE CERÂMICA
AMBIENTALMENTE CORRETA**

**REUSE OF IRON ORE ENRICHMENT TAILINGS – MARIANA’S SLUDGE (MG),
FOR ENVIRONMENTALLY FRIENDLY CERAMICS PRODUCTION**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil – PPGEC da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Área de Concentração: Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Vsevolod Mymrine

Coorientador: Prof. Dr. Adauto Jose Miranda de Lima

CURITIBA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

Esta licença permite que outros remixem, adaptem e criem a partir do trabalho licenciado para fins não comerciais, desde que atribuam ao autor o devido crédito. Os usuários não têm que licenciar os trabalhos derivados sob os mesmos termos estabelecidos pelo autor do trabalho original.



**Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Curitiba**



VALTER ANTONIO RUY

REAPROVEITAMENTO DO REJEITO DE ENRIQUECIMENTO DO MINÉRIO DE FERRO - LODO DE MARIANA-MG, PARA A PRODUÇÃO DE CERÂMICA AMBIENTALMENTE CORRETA.

Trabalho de pesquisa de doutorado apresentado como requisito para obtenção do título de Doutor Em Engenharia Civil da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Construção Civil.

Data de aprovação: 30 de Setembro de 2022

Dr. Vsevolod Mymrine, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Alfredo Iarozinski Neto, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Haroldo De Araujo Ponte, Doutorado - Universidade Federal do Paraná (Ufpr)

Dra. Janine Nicolosi Correa, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Renato Cesar Goncalves Robert, Doutorado - Universidade Federal do Paraná (Ufpr)

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 05/10/2022.

AGRADECIMENTOS

Ao orientador, Prof. Dr. Vsevolod Mymrine, por todo apoio, dedicação e comprometimento durante o desenvolvimento dos trabalhos desta tese.

Ao coorientador, Prof. Dr. Adauto Jose Miranda De Lima, por todo apoio e comprometimento durante o desenvolvimento dos trabalhos.

Ao Departamento Acadêmico de Construção Civil da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – DACOC – UTFPR, pela disponibilização dos diversos laboratórios da Área de Materiais.

Aos bolsistas do Curso de Engenharia Ambiental Rithielle Priscilla de Moraes Silva e Felipe dos Santos Consiglio pelo apoio na preparação das amostras e demais serviços de laboratório desde a moldagem até a queima dos corpos de prova – cps.

Agradecimento especial também ao discente da Engenharia Civil Filipe leski e Silva pelo auxílio na geração e formatação de figuras e tabelas do texto.

Especial agradecimento também à Doutora Mônica A. Avanci pelos trabalhos de ruptura na prensa hidráulica e revisão do abstract.

Ao Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM, da UTFPR, e especialmente ao Tecnólogo Alexandre José Gonçalves pela realização dos ensaios de Micrografia eletrônica de varredura – MEV e de Spectroscopia por energia dispersiva – EDS.

Ao Laboratório de Minerais e Rochas – LAMIR, da Universidade Federal do Paraná – UFPR pela fundamental importância para a realização dos ensaios de Fluorescência de Raios-X – FRX e de difração de Raios-X – DRX.

À minha família, irmã Dalva e meus queridos filhos, Alessandra Castilla Ruy, Camila Castilla Ruy e Gustavo Castilla Ruy que desde o princípio acreditaram, apoiaram e incentivaram o desenvolvimento desta tese. Especial agradecimento ao meu neto predileto Luiz Cauet Castilla Ruy.

RESUMO

Este trabalho buscou desenvolver novos compósitos, inserindo o rejeito da mineração do minério de ferro, denominado Iron ore tailings – IOT, na matriz da matéria prima básica para a produção de cerâmicas de revestimento. O rejeito é proveniente da barragem de FUNDÃO localizada na cidade de Mariana, Minas Gerais (MG) onde ocorreu o grande desastre ambiental em 2015. Tais rejeitos são altamente tóxicos tanto para o meio ambiente quanto ao ser humano, dada sua alta alcalinidade (PH acima 10). O objetivo foi transformar o IOT, associado a outros rejeitos como areia de fundição e borra da lapidação de vidros da indústria automotiva tendo o caolim como ligante, em matéria prima para a fabricação de novos materiais de construção. Outros pesquisadores demonstraram a compatibilidade do IOT com demais componentes da matéria-prima em cerâmicas, no concreto e no clinker de cimento Portland. Estudos de dissolução e lixiviação mostraram que traços de metais pesados permanecem dentro dos limites estabelecidos nas normas técnicas específicas, quando sinterizados em temperatura acima de 1000 °C. Foram preparadas 30 composições, cada qual com 6 (seis) diferentes percentuais de matéria-prima, onde em cada grupo foi mantido o teor de IOT e variados os teores de areia de fundição, vidro e caolim. Foram selecionados aleatoriamente 05 (cinco) corpos de prova (cps) de cada composição, resultando um total de 30 (trinta), os quais foram queimados em um forno tipo mufla, temperatura máxima 1200 °C em temperaturas de 950, 1000, 1050, 1100, 1150 e 1200 °C. Os resultados mostraram que a composição 30, com 25, 30, 30 e 10% de IOT, areia de fundição, vidro e caolin respectivamente, na temperatura de 1150 °C atingiu resistência à flexão de 10,17 MPa, absorção de água de 5,48%, volume do c.p. de 6,53 cm³ e a densidade aparente de 1,54 g/cm³ e as composições 13, 19, 20, 21, 25 e 26 a 1200 °C apresentaram índices de absorção 3% < ev < 6%, maior que 6 e ≤ 10% e absorção > 10% com módulo de resistência à flexão (MRF) ≥ 12 MPa, que de acordo com os grupos de absorção da NBR ABNT ISO 13006 (ABNT, 2020) e NBR 13817 (ABNT,1997) classificam as placas cerâmicas como de média e alta absorção e métodos de fabricação em **BIIa BIIb** e **BIII**. Foram realizados ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de energia dispersiva (EDS) para conhecer os elementos químicos formados. As formações cristalográficas, responsáveis por aumentar a resistência mecânica foram obtidas por difração de Raios-X (DRX).

Palavras-chave: Rejeito de minério de ferro (IOT); sustentabilidade; placas cerâmicas.

ABSTRACT

This work sought to develop new composites, inserting the waste from iron ore mining, called Iron ore tailings - IOT, into the matrix of the primary raw material for coating ceramics production. The tailings come from the FUNDÃO dam, located in the city of Mariana, Minas Gerais (MG), where the vast environmental disaster occurred in 2015. Such tailings are highly toxic for both environment and humans, given their high alkalinity (PH above 10). The objective was to transform IOT, associated with other wastes such as foundry sand and glass cutting sludge from the automotive industry, using kaolin as a binder, into raw material for manufacturing new construction materials. Others researchers have demonstrated the compatibility of IOT with others components of raw material in ceramics, concrete and Portland cement clinker. Dissolution and leaching studies show that traces of heavy metals remain within limits established in specific technical standards when sintered at temperatures above 1000 °C. Thirty compositions were prepared, each with 6 (six) different percentages of raw material, where in each group, the IOT content was maintained, varying foundry sand, glass, and kaolin contents. Five specimens of each composition were randomly selected, resulting in a total of 30 (thirty), which were burned in a muffle furnace of the maximum temperature of 1200 °C, at 950, 1000, 1050, 1100, 1150 and 1200 °C. The results showed that the composition 30, with 25, 30, 30, and 10% of IOT, foundry sand, glass, and kaolin, respectively, reached flexural strength of 10,17 MPa, water absorption of 5.48%, volume of 6.53 cm³, and apparent density of 1.54 g/cm³ at a temperature of 1150 °C. Compositions 13, 19, 20, 21, 25 and 26 at 1200 °C showed absorption rates of 3% < e_v ≤ 6%, higher than 6 and ≤ 10% and absorption > 10% whit flexural strength modulus (MRF) ≥ 12 MPa, according to the absorption groups of brazilian technical standards ISO 13006 (ABNT) for testing and classification specifications and methods, respectively, they can be classified as BIIa, BIIb e BIII %. Scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectrometry (EDS) tests were performed to determine the chemical elements formed. The crystallographic formations, responsible for increasing the mechanical strength, were obtained by X-ray diffraction (XRD).

Keywords: Iron ore tailings (IOT); sustainability; ceramic slabs.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Pesquisa bibliométrica por autores.....	28
Figura 2 - Pesquisa bibliométrica por termos.....	29
Figura 3 - Pesquisa bibliométrica por cocitações.....	30
Figura 4 - Pontos de coleta das amostras	36
Figura 5 - Mapa de fases obtido por EQM.....	37
Figura 6 - Curva granulométricas das amostras com gran. menor que 8 μm	39
Figura 7- Difratoograma dos elementos mineralógicos do IOT por DRX	42
Figura 8 - Estruturas morfológicas do IOT por MEV	43
Figura 9 - Curva da distribuição granulométrica do IOT	45
Figura 10 - Areia de fundição residual por micr. eletrônica de varredura - MEV	47
Figura 11 - Elementos químicos por EDS areia de fundição residual	48
Figura 12 - Granulometria laser da borra da lapidação de vidros planos.....	50
Figura 13 - Caracterização morfológica da borra de vidro por MEV	51
Figura 14 - Pontos para determinação química por EDS.....	51
Figura 15 - Morfologia do <i>Caolim</i>	53
Figura 16 - Pontos para análise química por EDS.....	54
Figura 17 - Fluxograma do processo de manufatura dos cps e dos ensaios.	56
Figura 18 - IOT, areia de fundição, borra de vidro automobilístico e <i>caolim</i>	56
Figura 19 - Conjunto molde metálico e prensa hidráulica	59
Figura 20 - Amostra de cps prontos a queima	60
Figura 21 - Queima em forno mufla entre 950 °C e 1200 °C	60
Figura 22 - Determinação do módulo de resistência à flexão após a queima.....	63
Figura 23 - Amostras para ensaio de lixiviação	67
Figura 24 - Composições moídas para ensaio de lixiviação	67
Figura 25 - Retração linear (%) a 950 °C.....	69
Figura 26 - Densidade Aparente (g/m^3) a 950 °C	70
Figura 27- Absorção de água (%) a 950 °C	72
Figura 28 - Resistência à flexão (MPa) a 950 °C	73
Figura 29 - Retração linear (%) a 1000 °C.....	75
Figura 30 - Densidade aparente (g/cm^3) a 1000 °C	76
Figura 31 - Absorção de água (%) a 1000 °C	77
Figura 32 - Resistência à flexão (MPa) a 1000 °C	78
Figura 33 - Retração Linear (%) a 1050 °C.....	80
Figura 34 - Densidade Aparente (g/cm^3) a 1050 °C.....	81
Figura 35 - Absorção de Água (%) a 1050 °C.....	82
Figura 36 - Resistência à Flexão (MPa) à 1050 °C.....	83
Figura 37 - Retração Linear (%) a 1100 °C.....	85
Figura 38 - Densidade Aparente (g/cm^3) à 1100 °C.....	86
Figura 39 - Absorção de Água (%) à 1100 °C.....	87
Figura 40 - Resistência à flexão (MPa) à 1100 °C	88

Figura 41- Retração Linear (%) a 1150 °C.....	91
Figura 42 - Densidade Aparente (g/cm ³) à 1150 °C.....	92
Figura 43 - Absorção de Água (%) à 1150 °C.....	93
Figura 44 - Resistência à flexão (MPa) à 1150 °C.....	94
Figura 45 - Retração Linear (%) a 1200 °C.....	96
Figura 46 - Densidade Aparente (kg/cm ³) a 1200 °C.....	97
Figura 47 - Absorção de Água (%) a 1200 °C.....	98
Figura 48 - Resistência à flexão (MPa) a 1200 °C.....	99
Figura 49 - Superfície de Resposta (retração linear).....	102
Figura 50 - Superfície de resposta (Absorção de água).....	105
Figura 51 - Superfície de Resposta (densidade aparente).....	108
Figura 52 - Superfície de resposta relativa à resistência à flexão.....	112
Figura 53 - Difratoograma da composição 9 por DRX sinterizada a 950 °C.....	114
Figura 54 - Difratoograma da composição 9 por DRX sinterizada à 1150 °C.....	115
Figura 55 - Difratoograma da composição 9 por DRX após sinterização a 1200 °C.....	117
Figura 56 - Estrutura morfológica da composição 9 à 950 °C.....	119
Figura 57 - Mapeamento de elementos químicos por EDS.....	120
Figura 58 - Fotomicrografia contendo pontos marcados por EDS.....	121
Figura 59 - Estruturas morfológicas da composição 9 à 1150 °C por MEV.....	123
Figura 60 - Mapeamento dos elementos químicos em cores por EDS.....	124
Figura 61 - Fotomicrografia contendo pontos mapeados por EDS.....	125
Figura 62 - Difratoograma da composição 30 após sinterização a 950°.....	128
Figura 63 - Difratoograma da composição 30 após sinterização a 1150 °C.....	129
Figura 64 - Estruturas morfológicas da composição 30 à 950 °C.....	130
Figura 65 - Mapeamento de pontos p/ análise química por EDS comp. 30 à 950 °C....	131
Figura 66 - Pontos do mapeamento da Figura 65.....	132
Figura 67 - Estruturas morfológicas da composição 30 à 1150 °C por MEV.....	133
Figura 68 - Mapeamento de pontos para análise química por EDS DA Figura 67.....	134
Figura 69 - Pontos da análise química por EDS da Figura 68.....	135

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais componentes da cerâmica branca e composições químicas.....	22
Tabela 2 - Composição química das amostras por FRX e volumetria	37
Tabela 3 - Composição mineralógica das amostras (EQM) das amostras	38
Tabela 4 - Composição química do IOT por Fluorescência de Raios-X (FRX)	41
Tabela 5 - Fórmula química dos elementos componentes do DRX	42
Tabela 6 - Composição microquímica do IOT através do EDS	44
Tabela 7 - Composição Granulométrica do IOT por peneiras	45
Tabela 8 - Composição química areia de fundição por fluorescência de Raios-X (FRX)	46
Tabela 9 - Caracterização química da areia de fundição por EDS	48
Tabela 10 - Caracterização química da borra de vidro por FRX	49
Tabela 11 - Caracterização química do vidro por EDS	52
Tabela 12 - Caracterização química do <i>caolim</i> por fluorescência de Raios-X (FRX)	52
Tabela 13 - Caracterização química do caolim por EDS	54
Tabela 14 - Composição das misturas	58
Tabela 15 - Análise de Variância	64
Tabela 16 - Lay-out do delineamento para análise multivariada	65
Tabela 17- Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. à 950°	68
Tabela 18 - Anova - temperatura de queima 950°C - Retração linear	70
Tabela 19 - Anova - temperatura de queima 950 °C - densidade aparente	71
Tabela 20 - Anova - Absorção de água (%) a 950 °C	71
Tabela 21 - Anova - Resistência a flexão (%) a 950 °C	72
Tabela 22 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. à 1000°	73
Tabela 23 - Anova - temperatura de queima 1000°C - Retração linear	75
Tabela 24 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Densidade aparente (g/cm ³)	76
Tabela 25 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Absorção de água (%)	77
Tabela 26 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Resistência à flexão MPa)	78
Tabela 27- Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. à 1050 °C ...	79
Tabela 28 - Anova - temperatura de queima 1050°C – Retração Linear (%).....	80
Tabela 29 - Anova - temperatura de queima 1050°C - Densidade Aparente (g/cm ³).....	81
Tabela 30 - Anova - temperatura de queima 1050°C - Absorção de Água (%).....	82
Tabela 31 - Anova - temperatura de queima 1050°C – Resistência à Flexão (MPa)	83
Tabela 32 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. à 1100°C ...	84
Tabela 33 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Retração Linear (%).....	85
Tabela 34 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Densidade Aparente (g/cm ³).....	86
Tabela 35 - Anova - temperatura de queima 1100°C – Absorção de Água (%).....	87
Tabela 36 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Resistência à Flexão (MPa).....	88
Tabela 37 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. à 1150 °C ..	89
Tabela 38 - Anova - temperatura de queima 1150°C – Retração Linear (%).....	90
Tabela 39 - Anova - temperatura de queima 1150°C - Densidade Aparente (g/cm ³).....	91
Tabela 40 - Anova - temperatura de queima 1150°C - Absorção de Água (%).....	92

Tabela 41- Anova - temperatura de queima 1150°C – Resistência à flexão (MPa)	93
Tabela 42 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sint. a 1200 °C ..	94
Tabela 43 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Retração Linear (%).....	96
Tabela 44 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Densidade aparente (g/cm ³)	97
Tabela 45 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Absorção de Água (%).....	98
Tabela 46 - Anova - temperatura de queima 1200°C - Resistência à flexão (MPa)	99
Tabela 47 - Influência temperatura de queima sobre a retração linear	100
Tabela 48 - Classificação das placas cerâmicas por níveis de retr. linear (RL) em % ..	101
Tabela 49 - Correlações Parciais.....	102
Tabela 50 - Classificação das placas cerâmicas segundo o teor de abs. de água (%)..	102
Tabela 51 - Influência da temperatura de queima sobre a absorção de água	103
Tabela 52 - Níveis de absorção de água (%).....	104
Tabela 53 - Análise da Variância	104
Tabela 54 - Correlações Parciais.....	105
Tabela 55 - Influência sobre a Densidade Aparente	106
Tabela 56 - Classificação por níveis de densidade (g/cm ³)	107
Tabela 57 - Análise da Variância	107
Tabela 58 - Correlações Parciais.....	107
Tabela 59 - Classificação das placas cerâmicas de acordo com o MRF (MPa).....	108
Tabela 60 - Classificação das placas por níveis do Módulo de Resist. à Flexão (MPa)	109
Tabela 61 - Influência sobre a Resistência à Flexão	109
Tabela 62 - Análise da Variância do Modelo	111
Tabela 63 - Correlações Parciais em relação a Resistência à Flexão	111
Tabela 64 - Legenda do difratograma da composição 9 sinterizada à 950 °C	114
Tabela 65 - Legenda do difratograma da Figura 54	116
Tabela 66 - Legenda do difratograma da Figura 55.....	117
Tabela 67 - Composição microquímica da composição 9 à 950 °C	121
Tabela 68 - Composição química nos pontos analisados na Figura 61	126
Tabela 69 - Legenda do difratograma da Figura 62.....	128
Tabela 70 - Legenda do difratograma da Figura 63.....	130
Tabela 71 - Composição química nos pontos analisados na Figura 66	132
Tabela 72 - Composição química por EDS nos pontos da Figura 69	136
Tabela 73 - Especificação normativa e resultados obtidos nos ensaios de lixiviação ...	137
Tabela 74 - Especificação normativa e resultados obtidos nos ensaios de lixiviação ...	137

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT	Associação brasileira de normas técnicas
AF	Areia de fundição
AM1	Amostra 1
AM2	Amostra 2
AM3	Amostra 3
AM4	Amostra 4
AM5	Amostra 5
AM6	Amostra 6
AM7	Amostra 7
DNPM	Departamento Nacional de pesquisa mineral
DRX	Difração de Raios-X
Ecoville	<i>Campus Ecoville</i>
EDS	<i>Energy dispersive x-ray spectroscopy</i>
FRX	Fluorescência de Raios-X
IOT	<i>Iron ore tailings</i> – Rejeitos de mineração
IPT	Instituto de pesquisas tecnológicas
LAMAQ	Laboratório Multiusuário de análises químicas
LAMIR	Laboratório de mineralogia
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MG	Minas Gerais
MQE	Mineralogia quantitativa eletrônica
MRF	Módulo de resistência à flexão
NBR	Norma brasileira regulamentadora
NM	Norma Mercosul
ODS	Objetivos de desenvolvimento sustentável
ONU	Organização das nações unidas
PIB	Produto interno bruto
RMF	Rejeito do minério de ferro
SDG11	Cidades e comunidades sustentáveis
SDG12	Consumo e produção responsável
UFPR	Universidade Federal do Paraná
UHPC	Ultra-alto desempenho
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
VALE	S.A. Companhia Vale do Rio Doce Sociedade Anônima

LISTA DE SÍMBOLOS

AA%	Absorção de água
Å	Angstrom
Θ	Ângulo Theta
Low	Baixo
C	Cobalto
Cu	Cobre
CV	Coefficiente de variação
L	Comprimento do corpo de prova
CP	Corpo de prova
CR	Cristobalite
2k-1	Delineamento experimental fatorial fracionado
DA	Densidade aparente
H	Hematite
ER	Erro relativo admitido
E	Espessura do cp
F	Força (N)
F	Função Fisher-Snedecor
°C	Graus Célsius
H0	Hipótese nula
H1	Hipóteses do investigador
K	Kaolinite
kV	kilovolt
λ	Lâmbda
B	Largura do cp
Lf	Leitura final
Li	Leitura inicial
g/cm ³	Gramas/centímetro cúbico
R2	Maior coeficiente de determinação
Mesh	Malha de peneira
Mi	Massa hidráulica do corpo imerso
Mh	Massa saturada
Ms	Massa seca
MPa	Mega pascal
mA	Microampere
μm	Micron
M	Mullite
P-Valor	Probabilidade de se obter uma estatística do teste
Q	Quartzo
RL	Retração linear
P	Valor da Anova

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO	17
1.2 OBJETIVOS	19
1.2.1 Objetivo Geral	19
1.2.2 Objetivos Específicos	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 MATERIAL CERÂMICO	21
2.2 CERÂMICAS DE BASE BRANCA	21
2.3 AREIA DE FUNDIÇÃO RESIDUAL	22
2.3.1 Utilização da Areia de Fundição em Materiais de Construção	24
2.4 VIDRO	25
2.4.1 Utilização do Vidro na Cerâmica	25
2.5 CAULINITA	26
2.5.1 Utilização do Caolim para Cerâmica	26
2.6 RESÍDUOS PROVENIENTES DA EXTRAÇÃO E BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO DE FERRO (IOT)	27
3 MATERIAIS E MÉTODOS	41
3.1 MATERIAIS	41
3.1.1 Rejeito do Minério de Ferro (IOT)	41
3.1.1.1 Composição química	41
3.1.1.2 Composição mineralógica do IOT	42
3.1.1.3 Estrutura morfológica do IOT	43
3.1.1.4 Massa específica do IOT	44
3.1.1.5 Determinação da composição granulométrica do IOT	45
3.1.2 Areia de Fundição	46
3.1.2.1 Composição química	46
3.1.2.2 Caracterização morfológica da areia de fundição	47
3.1.3 Borra de vidro da lapidação de vidros automotivos	49
3.1.3.1 Composição química por fluorescência de Raios-X (FRX)	49
3.1.3.2 Determinação da composição granulométrica	49
3.1.3.3 Caracterização morfológica da borra de vidro por MEV e EDS	50
3.1.4 Caolim	52
3.1.4.1 Composição química por fluorescência de Raios-X (FRX)	52
3.1.4.2 Composição morfológica do <i>caolim</i> por MEV e EDS	53
3.2 MÉTODOS	55
3.2.1 Procedimentos Metodológicos	55
3.2.1.1 Determinação da amostra mínima	57
3.2.1.2 Dosagem das composições variando os teores de matérias-primas	57

3.2.1.3 Secagem, sinterização e medição das características físicas e mecânicas dos corpos de prova (cps).....	59
3.2.1.4 Características físicas e mecânicas das cerâmicas desenvolvidas	60
3.2.1.5 Análise estatística dos dados.....	63
3.2.1.5.1 Análise de dados espúrios (<i>Outliers</i>)	63
3.2.1.5.2 Teste de hipóteses.....	63
3.2.1.5.3 P-Valor	64
3.2.1.5.4 Delineamento experimental	64
3.2.1.5.5 Difratometria de Raios-X (XRD).....	66
3.2.1.5.6 MEV e EDS.....	66
3.2.1.5.7 Lixiviação	67
4 RESULTADOS	68
4.1 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS À 950 °C	68
4.1.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	69
4.1.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	70
4.1.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	71
4.1.4 Características Mecânicas: resistência à flexão (MPa).....	72
4.2 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1000 °C	73
4.2.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	74
4.2.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	75
4.2.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	76
4.2.4 Características Mecânicas: Resistência à Flexão (MPa).....	77
4.3 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1050 °C	78
4.3.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	80
4.3.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	81
4.3.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	82
4.3.4 Características Mecânicas: Resistência à Flexão (MPa).....	83
4.4 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1100 °C	84
4.4.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	85
4.4.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	86
4.4.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	87
4.4.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)	88
4.5 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS À 1150 °C	89
4.5.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	90
4.5.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	91
4.5.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	92
4.5.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)	93

4.6 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1200 °C	94
4.6.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%).....	95
4.6.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm ³).....	96
4.6.3 Características Físicas: Absorção de Água (%).....	97
4.6.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)	98
4.7 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE QUEIMA SOBRE AS CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS.....	99
4.7.1 Influência da Temperatura de Queima sobre a Retração Linear das Placas ..	100
4.7.2 Influência da Temperatura de Queima sobre a Abs. de Água das Placas	102
4.7.3 Influência da Temperatura de Queima sobre a Dens. Aparente das Placas ..	106
4.7.4 Influência da Temperatura de Queima sobre a Resist. à Flexão das Placas..	108
4.8 PROCESSOS FÍSICO-QUÍMICOS DE FORMAÇÃO DAS ESTRUTURAS DAS CERÂMICAS	112
4.8.1 Composição Mineralógica das Composições Número 9 e 30.....	112
4.8.1.1 Composição mineralógica da composição 9 (nove) sinterizada à 950 °C...	113
4.8.1.2 Da composição 9 (nove) após sinterização a 1150 °C	115
4.8.1.3 Da composição 9 (nove), sinterizada à 1200 °C	116
4.8.2 Estrutura Morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	118
4.8.2.1 Da composição 9 sinterizada a 950 °C	118
4.8.2.2 Da composição 9 sinterizada a 1150 °C	122
4.8.3 Composição Mineralógica.....	126
4.8.3.1 Da composição 30 após sinterização à 950 °C.....	126
4.8.3.2 Da composição 30 após sinterização à 1150 °C	129
4.8.4 Estrutura Morfológica	130
4.8.4.1 Da composição 30 sinterizada a 950 °C	130
4.8.4.2 Da composição 30 sinterizada a 1150 °C	133
4.9 LIXIVIAÇÃO	137
5 CONCLUSÕES	140
REFERÊNCIAS.....	142

1 INTRODUÇÃO

O foco deste trabalho é apresentar uma solução de uso para a grande quantidade de rejeitos industriais produzidos contendo contaminantes tóxicos perigosos, prejudiciais ao ser humano e ao meio ambiente e que ocupam grandes áreas, as quais poderiam ser utilizadas para finalidades mais vantajosas à toda a coletividade envolvida.

O minério bruto não se encontra suficientemente puro ou adequado para que seja submetido a processos metalúrgicos ou para a utilização industrial.

Assim, após a lavra, os minérios são submetidos a um tratamento ou beneficiamento, que os torna aptos à utilização. O tratamento divide o minério bruto em duas frações: concentrado e rejeito. Este último é a fração constituída quase que exclusivamente pelos “minerais de ganga” - minerais presentes nas jazidas, e que, devido a aspectos econômicos, tecnológicos ou composicionais, não são utilizados.

Atualmente, junto às grandes metrópoles brasileiras, é comum a existência de enormes áreas degradadas, resultantes de atividades de extração de metais. Essas atividades são desenvolvidas a céu aberto e, na maioria das vezes, propiciam a ação de processos erosivos, pois não obedecem a um planejamento de lavra adequado (RELATÓRIO, 2002).

A degradação da área é uma consequência inerente ao processo de mineração. A intensidade da degradação depende do volume, do tipo de mineração e dos rejeitos produzidos (MUNIZ, 2006).

Com a reutilização do rejeito seria possível minimizar as contaminações e poluições ambientais, alcançar a sustentabilidade e trazer recursos para as empresas geradoras destes materiais, que até então não tem utilidade, culminando com grande benefício à fauna e à flora.

A valorização dos rejeitos está alinhada com Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) das Nações Unidas. Em especial os rejeitos de mineração podem contribuir especialmente para o SDG11 (Cidades e Comunidades Sustentáveis) e ao SDG12 (Consumo e Produção Responsável) reduzindo a produção de resíduos (FÓRUM ECONÔMICO MUNDIAL, 2016). A valorização de rejeitos significa a recuperação de metais residuais e utilização de uma matriz alternativa que consolida a economia circular e fecha o ciclo social e ecológico correto (PÄIVI, 2019).

A contaminação do solo por rejeitos industriais cresce a cada ano com o aumento da produção de materiais produzidos pelas indústrias. Os processos de fabricação desses materiais envolvem o descarte de resíduos que, por falta de reaproveitamento, são depositados em aterros específicos para ali permanecerem por muitos e muitos anos.

A estratégia deste trabalho é demonstrar a possibilidade de acabar com a existência de aterros industriais e municipais, aproveitando os materiais deles como materiais primas de valor com altíssima eficiência econômica e ambiental. Dentre os objetivos das investigações pode-se destacar:

Acabar com existência de aterros industriais e municipais, ajudar as empresas a enfrentar problemas ambientais, utilizar a maior quantidade possível de diferentes tipos de resíduos industriais e municipais, ligar quimicamente os metais pesados durante os processos tecnológicos de fabricação de novos materiais, favorecendo o meio ambiente, desenvolver novos materiais (principalmente para construção civil) aproveitáveis no sentido econômico com propriedades mecânicas dentro de normas nacionais, pesquisar processos físicos e químicos de formação de estruturas dos materiais novos para mudar suas propriedades mecânicas e químicas, desenvolver novas ou adaptar tecnologias atuais de produção dos materiais novos no nível de usinas, preparar nova geração de cientistas para continuar as pesquisas e trabalhar com as empresas na área de utilização de seus resíduos industriais e municipais.

Com base nestas pesquisas foram desenvolvidos métodos de produção de materiais como as cerâmicas convencionais, cerâmicas refratárias, novos tipos de materiais de construção civil com altas resistências (tijolos, placas e blocos) sem secagem preliminar, sem aquecimento e sem cimento portland, materiais ligantes (tipo cimento portland ou Cal) para produção de bases de estradas, aeroportos, bases de aterros de lixo municipal e industrial, núcleo de represas, isolantes térmicos e acústicos, novos tipos de combustíveis com elevado poder calorífico, composições com plásticos e materiais decorativos.

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

No ano de 2015 houve um caso de desastre ambiental com grandes proporções na região de Bento Rodrigues (MG) que trouxe um enorme prejuízo para o meio ambiente. Trata-se do rompimento de uma barragem usada para descarte de resíduos provenientes da extração e beneficiamento de ferro que derramou cerca de 62 milhões de metros cúbicos desse material, matou 19 pessoas (entre moradores e funcionários da empresa) e foi considerado o maior impacto ambiental da história brasileira.

Devido à composição química desse composto houve grande perda para o solo, para as pessoas, para os rios e todo o sistema ambiental da região e arredores. Esse é um exemplo que tomou proporções mundiais em relação à preocupação sobre como se manterá a vida na terra se houver a continuidade do descarte de materiais prejudiciais sem o destino adequado.

Esse setor da indústria gera cerca de 165 milhões de toneladas/ano de rejeitos (IPT, 2016) e (DNPM, 2015).

Em 25 de janeiro de 2019, o rompimento de outra barragem, a de Brumadinho, resultou em outro grande desastre com rejeitos de mineração no Brasil. A barragem de rejeitos classificada como de baixo risco e alto potencial de danos, era controlada pela Companhia Vale do Rio Doce (Vale S.A) e estava localizada no Ribeirão Ferro-Carvão, na região do Córrego do Feijão, no município brasileiro de Brumadinho a 65 km de Belo Horizonte, em Minas Gerais.

O rompimento resultou em um desastre de grandes proporções, considerado como um desastre industrial, humanitário e ambiental com mais de 200 mortos e cerca de 90 desaparecidos até então, gerando uma calamidade pública. O desastre pode ainda ser considerado o segundo maior desastre industrial do século e o maior acidente de trabalho do Brasil. O presidente da Vale, em entrevista coletiva, salientou que na tragédia de Brumadinho, o dano humano será maior, diferente do rompimento da barragem de Bento Rodrigues, em Mariana, que também era controlada pela Vale SA, e está a menos de 200 quilômetros de Brumadinho.

A tragédia de Mariana de 2015 é, até então, o mais grave desastre ambiental da história provocado por vazamento de minério. Nesta perspectiva, um dos autores do relatório sobre barragem de minério intitulado “Mine Tailing Storage: Safety is no Accident”, publicado pela Organização das Nações Unidas (ONU), afirmou que a

tragédia em Brumadinho estará, certamente, no topo dos maiores desastres com rompimento de barragem de minério do mundo. Infelizmente, é possível que ultrapasse o desastre ambiental ocorrido em Stava, que foi a maior tragédia do tipo nos últimos 34 anos. Segundo o relatório da ONU (2021), o evento mais trágico envolvendo barragens de minério nos últimos 34 anos foi em 1985, no norte da Itália. Na hora do almoço, 180 mil metros cúbicos de lama da barragem administrada pela Prealpi Minerária varreram as cidades de Stava e Tesero, matando 267 pessoas, entre as quais famílias inteiras. O Brasil agora é destaque na lista de tragédias do gênero, por ser o país com o maior número de mortes, somando até agora três desastres com perda humana ou grave dano ambiental desde 2014.

Podem ser citados, outros setores da indústria responsáveis pelo descarte de materiais em aterros que podem prejudicar o meio ambiente. A indústria da lapidação do vidro, considerado um material reciclável, no entanto, por razões técnicas de mercado e de coleta de resíduos fazem com que uma grande quantidade de resíduos seja depositada em aterros. A reciclagem do resíduo de vidro com baixa granulometria é evitada pela indústria vidreira para impedir que ocorra o arraste de pó pela chaminé dos fornos de fusão, assim como a deposição de vidro fundido nas paredes internas dos fornos e regeneradores, acarretando na inclusão de bolhas no produto final.

Outra boa parcela de contribuição em descarte de resíduos no mundo é feita pela Indústria de fundição de metais. Todos os anos, no Brasil são descartadas cerca de 2 milhões de toneladas de areia utilizada nos processos de fundição, equivalentes a uma pirâmide de 200 metros de altura (ADEGAS, 2007). Além do impacto visual, outro problema decorrente do descarte da areia usada para as fundições é a provável contaminação com resinas fenólicas, metais e não metais. Quando a mesma é submetida a intempéries esses componentes se dissolvem e podem atingir o lençol freático (ADEGAS, 2007).

Do ponto de vista ambiental e econômico, uma das maiores preocupações é o tratamento, ou a disposição adequada da crescente quantidade desses resíduos industriais, classificados segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004) como Resíduos Perigosos (classe I). Portanto, há uma busca por metodologias de valorização e reciclagem desses resíduos, que devem ser economicamente viáveis, pois são de extrema importância, a fim de contribuir para um desenvolvimento sustentável (PICHORIM, 2018).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral desta pesquisa é desenvolver compósitos para produção de cerâmicas com base no lodo residual da extração de minério de ferro, iron ore tailings (IOT), (Mariana, MG), areia de fundição de processo metalúrgico, lodo residual de polimento de vidro automobilístico e argila natural de *caolim* como ligante com características e propriedades que atendam as especificações das Normas brasileiras da ABNT.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Pesquisar os processos de interação físico-químicos dos componentes e a formação de estruturas morfológicas e mineralográficas dos materiais desenvolvidos e moldados em diferentes composições de traços e queimados em diversas temperaturas;
- Avaliar o potencial da combinação de resíduos em novas tecnologias ou adaptar tecnologias atuais de produção de novos materiais;
- Contribuir para o entendimento da formação de novos arranjos estruturais em ambiente alcalino;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas, como resistência à flexão, absorção de água, retração linear, volume e densidade em consonância com as exigências das normas técnicas brasileiras para as cerâmicas de revestimento;
- Auxiliar na proteção do meio ambiente, transformando a máxima porcentagem de resíduos em insumos que voltem para cadeia produtiva.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Através de todos os métodos modernos de comunicação percebe-se o aumento da conscientização da alta contribuição dos rejeitos industriais e municipais para o aumento dos graves problemas ambientais da Terra.

Os bilhões de toneladas de diferentes resíduos contaminam o ar, a terra, as águas superficiais e subterrâneas de todos os países do mundo. Catástrofes tecnológicas como o rompimento da barragem de argila vermelha de Bauxita na Hungria de 2010 ou o deslizamento do aterro municipal no Rio de Janeiro em 2011, acontecem com frequência e em escala cada vez mais elevada com maiores quantidades de vítimas e prejuízo econômico. A única saída para esta situação é a mais rápida utilização de materiais de aterros sanitários, ressaltando que esta atividade é muito lucrativa economicamente (DNPM, 2017).

No Brasil, em 2015 houve o caso do desastre ambiental com grandes proporções na região de Bento Rodrigues (MG) que trouxe enorme prejuízo para o meio ambiente. O rompimento da barragem de Mariana (MG), usada para descarte de resíduos provenientes da extração e beneficiamento de ferro que derramou cerca de 62 milhões de metros cúbicos desse material, matou 19 pessoas (entre moradores e funcionários da empresa) e foi considerado o maior impacto ambiental da história brasileira (IPT, 2017).

Devido à composição química desse composto houve grande perda para o solo, para as pessoas, para os rios e todo o sistema ambiental da região e arredores. Esse é um exemplo que tomou proporções mundiais em relação à preocupação sobre como se manterá a vida na terra se houver a continuidade do descarte de materiais prejudiciais sem o destino adequado.

Neste capítulo será apresentada uma análise das publicações correntes na área de resíduos sólidos industriais, sobre caracterizações realizadas na região do quadrilátero ferrífero e, em especial envolvendo a utilização de resíduos de areia de fundição, pó de vidro e rejeitos do enriquecimento do minério de ferro (IOT) como matéria-prima para compósitos com cerâmica branca. São apresentados textos relacionados ao assunto a fim de conhecer as metodologias e resultados de outros autores, comparando variáveis e o problema em questão.

2.1 MATERIAL CERÂMICO

Cerâmica, são materiais compostos, formados entre elementos metálicos e não metálicos que na maioria das vezes consistem em óxidos, nitretos e carbetos. Alguns autores referem-se às cerâmicas tradicionais, como aquelas que contêm minerais argilosos (CALLISTER, 2009).

Esses minerais argilosos apresentam propriedades que favorecem a inertização de resíduos, sendo ela, a capacidade de troca de cátions, fazendo com que os metais encontrados na forma de íons, sejam adsorvidos pela argila em uso. Entretanto não se pode afirmar com 100% (cem por cento) de certeza a possibilidade de estarem completamente inertes, tornando-se necessária a realização dos ensaios de lixiviação e solubilização no produto final após a adição do resíduo. Outra vantagem é que o processo térmico potencializa as reações químicas entre os metais da argila e os demais componentes da massa (BORGO, 2005).

2.2 CERÂMICAS DE BASE BRANCA

Nunes (2012) apresenta um dossiê, onde aponta que a indústria cerâmica desempenha importante papel na economia do país, com participação estimada em 1% no PIB (Produto Interno Bruto). A evolução das indústrias brasileiras, em função da abundância de matérias-primas naturais, fontes de energia e disponibilidade de tecnologias embutidas nos equipamentos industriais fez com que diversos tipos de produtos do setor atingissem um patamar apreciável nas exportações do país.

O *caolim* é o principal componente da cerâmica branca Coelho (2007), onde ele desempenha um papel essencial. A cerâmica branca é de um grupo bastante diversificado, o qual compreende os produtos obtidos a partir de uma massa de coloração branca e outros materiais, em geral recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor, como por exemplo, louça de mesa, louça sanitária e isoladores elétricos (NUNES, 2012). Ver Tabela 1.

Tabela 1 - Principais componentes da cerâmica branca e composições químicas

Matérias-primas	Composição Química (%)								
	SiO ₂	AlO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	P.F. ¹
Argilas carbonáticas	55	12	1	0,5	0,1	1	8	1	12
Argilas gresificáveis	60	15	2	1	0,1	3	1	0,5	6
Argilas plásticas ²	55	22	1	0,5	0,5	0,5	0,5	1	6
Argilas caulínicas	50	25	0,5	0,5	0,5	0,5	0,1	0,1	7
Areias feldspáticas	80	9	2	1	1	1	1	0,5	2
Quartzo	92	2	0,1	0,1	0,5	1	0,5	0,5	1
Calcita	2	1	0,5	0,5	0,5	0,5	46	2	40

¹Perda ao fogo e ²Argilas plásticas brancas

Fonte: (Coelho; 2007)

2.3 AREIA DE FUNDIÇÃO RESIDUAL

A areia de fundição tem em sua composição a sílica de alta qualidade, possuindo um físico uniforme. Segundo Siddique (2009) ela é um subproduto das indústrias de fundição de metais ferrosos e não ferrosos. Há séculos tem sido usado como material de moldagem por causa de sua condutividade térmica.

A areia de fundição é classificada como Resíduo Sólido Industrial Inerte, Classe II B segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), gerada na modelação de peças de ferro fundido. Esse processo utiliza grande quantidade de material para confecção dos moldes. O índice de consumo de areia, dependendo do tipo de peça, varia de 800 kg a 1.000 kg de areia para cada 1.000 kg de peças produzidas.

A areia extraída de jazidas de cava ou rios é utilizada no preparo dos moldes e misturada com materiais ligantes como a bentonita sódica ativada, pó de carvão, outros aditivos e água, para obtenção da areia verde, utilizada na produção de peças de menor peso e tamanho. Na maioria dos processos é adicionada resina fenólica, dificultando sua recuperação e reutilização, gerando assim, grande quantidade de material a ser descartado em aterros industriais.

Santurde (2012), avaliou o uso de areia de fundição na produção de blocos cerâmicos, em que a mistura contém teores entre 0 e 50%. O material foi misturado com argila e sinterizado entre 850 a 1050°C. As amostras foram submetidas a análises físicas e mineralógicas, sendo que os melhores resultados apresentados foram das

sinterizadas na temperatura de 1050° C e com percentual de areia de fundição entre 25 e 35%.

Segundo Santurde (2010), o resíduo de uma indústria pode ser a matéria-prima de outra, sendo este um conceito moderno de ecologia industrial. O comportamento de blocos cerâmicos com areia de fundição foi avaliado sob o aspecto de lixiviação, ciclo de vida e sais solúveis, pois estão ligados ao fenômeno de eflorescência do bloco. Os resultados mostram que a areia de fundição pode substituir parte da argila com melhora da eflorescência, no entanto deve ser levado em conta que Chumbo (Pb), Arsênio (Ar) e cromo (Cr), ainda estão presentes nos blocos cerâmicos.

Segundo LI et al. (2017), que estudaram a fabricação de telhas cerâmicas com incorporação de cinzas de lodo de esgoto, resíduos de vidro e areia de fundição, a melhor combinação foi: areia de fundição de 10 a 15%, resíduos de vidro de 15 a 20%, cinza de lodo de esgoto em 10%, sinterizados a uma temperatura entre 1000°C e 1050°C pode resultar em telhas de boa qualidade.

Segundo Pereira (2006), que estudou a caracterização dos materiais baseados no sistema ($\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CaO}$) para a incorporação na massa cerâmica, dentre eles a areia de fundição utilizada em conjunto com resíduos de vidro e cinzas de lodo do tratamento de água, a massa cerâmica aplicada em escala industrial no processo de extrusão de telhas cerâmicas resultou bons resultados.

Recentemente, na última década, muitos pesquisadores estudaram várias fórmulas de utilização de resíduos como MYMRINE et al. (2016) que estudaram uma nova composição para a produção de cerâmica vermelha.

Os resíduos utilizados foram o lodo de tratamento de água municipal, areia de fundição, resíduos de vidro e sais de neutralização ácida. Os corpos de provas foram sinterizadas a 900, 950, 1000, 1050 e 1100 °C, durante 6 (seis) horas. Os resultados indicam que a cerâmica alcançou resistência de flexão até 18,4 MPa (sinterizados a 1050 °C), baixos valores de absorção de água e retração linear, demonstrando a eficiência deste compósito.

2.3.1 Utilização da Areia de Fundição em Materiais de Construção

A reutilização potencial de areia de fundição em concreto de alta resistência foi investigada, mostrando redução na resistência à compressão, tração na compressão e módulo de elasticidade (GUNEY, 2010).

O estudo da viabilidade da produção de porcelana por Bragança (2006) foi avaliar a viabilidade de produção de porcelana, faiança triaxial usando areia a partir de moldes de ferro fundido como matéria-prima em vez de sílica e vidro reciclado no lugar de feldspato.

Tkalski, Gaffney e Regan (2000) realizou uma pesquisa para documentar e avaliar as propriedades de engenharia de materiais de baixa resistência controlada, contendo subprodutos de fundição de areia. Os dados apresentados mostraram que a areia de fundição pode ser utilizada com sucesso e fornece propriedades semelhantes ou melhores às areias comuns.

Areia de fundição misturada com argila em proporções de zero a 50% e queimadas a 850 - 1050°C pode produzir tijolos cerâmicos. Santurde (2010) mostrou que a areia de fundição como material de resíduos foi valorizada na fabricação de tijolos cerâmicos em escala industrial. O emprego de uma perda proveniente de uma indústria como uma entrada para outra é um dos principais conceitos de ecologia industrial.

Furlani et al. (2012) utilizaram dois tipos diferentes de argila (uma amarela e um barro vermelho) para preparar dois conjuntos de materiais que continham olivina e areia de fundição. Eles foram misturados por meio de moagem por atrito, em proporções variáveis para obter-se pós de composição diferente.

A percentagem de areia reciclável é fortemente influenciada pelas características das matérias-primas (argila e areia) e do processo de fabricação de tijolos como o processo de moldagem, secagem e programação de queima. Executando os adequados ensaios tecnológicos e ambientais, sendo altamente recomendado antes de voltar a usar areias de fundição desconhecidos em corpos cerâmicos (SANTURDE, 2012)

Resultados de uma investigação experimental realizada para avaliar as propriedades mecânicas de misturas de concreto na qual o agregado miúdo (areia) foi parcialmente substituído por areia de fundição seca (UFS) foram apresentados. O

agregado miúdo foi substituído com três percentagens (10%, 20%, e 30%) de UFS em peso (SIDDIQUE, 2009).

2.4 VIDRO

O vidro como um material duro, frágil e resistente à corrosão faz parte te da família dos 6 (seis) materiais mais importantes para o projeto mecânico (ASHBY, 2013)

Em uma composição química feita por fluorescência de Raios-X (FRX) do vidro, formado por 71 a 73% de SiO_2 , 12 a 14% de Na_2O e 10 a 12% de CaO , os óxidos alcalinos presentes funcionam como modificadores de rede da sílica, onde os mesmos deixam mole a estrutura do vidro, pela geração de oxigênios não pontes (SANTOS, 2009)

A reutilização dos resíduos de vidro oferece diversas vantagens financeiras, redução da poluição ambiental, aquecimento da economia e redução no consumo de recursos naturais (SANTOS, 2009).

2.4.1 Utilização do Vidro na Cerâmica

A viabilidade da produção de porcelana, faiança triaxial usando areia de fundição como matéria-prima em vez de sílica e vidro reciclado no lugar de feldspato foi demonstrada (BERGMANN, 2006).

Foi demonstrado que a utilização de vidros tornou possível, não só para reduzir a temperatura de sinterização por realização do mecanismo de sinterização de fase líquida, mas também para formar um material cerâmico (KABLOV, 2007)

Vidros, silicato de vitrocerâmica e fosfatos de cálcio têm sido mostrados por ser bioativo e reabsorvível e exibem ótimas propriedades mecânicas (HOPPE, 2011).

Foram realizadas experiências em novas composições com lodo de ETA (Estação de tratamento de água), areia de fundição, resíduos de vidro e sais de neutralização do ácido para a produção de cerâmica vermelha. Obteve-se resistência a flexão até 18,4 MPa (sinterizados a 1050°C), baixos valores de absorção de água e retração linear (MYMRINE, 2015).

Para criação de porcelana, o vidro residual foi adicionado parcial e totalmente em substituição ao feldspato de potássio. Observou-se que a energia de ativação de sinterização diminuiu com o aumento da adição de vidro residual (YÜRÜYEN, 2009).

A adição de resíduo de pó de vidro apresentou eficiência como aditivo e acelerador no processo de densificação durante a incineração do produto cerâmico. Concluindo que esse material pode substituir o feldspato que é um mineral em estágio de exaustão, além de haver os problemas ambientais (LUZ, 2008).

2.5 CAULINITA

A composição química do *caolim* como sendo um silicato de alumínio hidratado estruturado em folha de camada 1:1 com um tamanho de partícula muito fino com uma camada tetraédrica de siliconoxigênio (SiO_4) e uma camada octaédrica de alumina $[\text{Al}(\text{O}, \text{OH})_6]$ (ou expressa de outro modo (Si_2O_5) folha 2 e folha $[\text{Al}_2(\text{OH})]_4$ com simetria pseudo-hexagonal, ligadas entre si através da partilha de oxigênios apicais e existem alternadamente. Relata a alta presença de silício e do alumínio, que em suas análises apresentou a soma de 81,3% da composição mássica do material analisado (PANDA, 2010).

Informações sobre o *caolim* contendo SiO_2 e Al_2O_3 como principais constituintes e Fe_2O_3 , K_2O e TiO_2 em menores proporções foi apresentada (BAUCIA, 2010).

2.5.1 Utilização do Caolim para Cerâmica

Caolim foi utilizado na produção de blocos e telhas cerâmicas sendo constituído por caulinita, quartzo e mica com larga distribuição de tamanho de partículas e elevada fração areia (tamanho de partícula $> 60\mu\text{m}$). Concluiu-se que a incorporação do resíduo em formulações para produção de tijolos e telhas é uma excelente alternativa para a reciclagem. Sendo possível a incorporação de até 50% de resíduo em formulações para a produção de blocos e telhas (ALMEIDA, 2007).

2.6 RESÍDUOS PROVENIENTES DA EXTRAÇÃO E BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO DE FERRO (IOT)

Encontrar a solução para utilização do rejeito do beneficiamento do minério de ferro aqui denominado lama vermelha de Mariana, ou simplesmente IOT, incorporando-o na massa cerâmica, juntamente com outros resíduos industriais também tóxicos e prejudiciais ao ser humano e ao meio ambiente, como areia de fundição e borra de vidro que aliados à caulinita, matéria-prima básica na produção de cerâmicas poderão ser transformados de agora em diante em parte da matéria-prima para a produção de materiais cerâmicos.

Encontrar os percentuais adequados de cada material, os quais prensados e queimados a temperaturas elevadas (da ordem de 1200 graus) venham a adquirir propriedades físicas, mecânicas e morfológicas compatíveis aos padrões já estabelecidos pela ciência e comparáveis aos preconizados pelas normas técnicas brasileiras da ABNT, para materiais cerâmicos.

Outros pesquisadores estudaram a utilização de rejeitos, inclusive do IOT para a produção de cerâmicas, “como Wanna et al. (2019) que” adicionaram o rejeito à massa cerâmica em substituição a areia e obtiveram bons resultados do ponto de vista da plasticidade seca e da resistência à flexão para a produção de placas cerâmicas, podendo classificá-las em B1a, B1b ou B11a segundo as normas técnicas NBR 13817 (ABNT, 1997) para placas de revestimento.

Para conhecer o estado da arte quanto a estudos e pesquisas realizadas e em andamento ao redor do mundo foi utilizado o estudo bibliométrico conhecido por concentrar e examinar a produção de artigos em uma determinada área de conhecimento especificada pelo usuário, mapeando as comunidades acadêmicas, identificando as redes de pesquisadores e suas publicações científicas, por meio da criação de indicadores que buscam filtrar as instituições, os autores e os acadêmicos mais citados em redes co-autorais, identificando as diferentes contribuições teóricas, empíricas e metodológicas na área de interesse (PEDROSO, 2020).

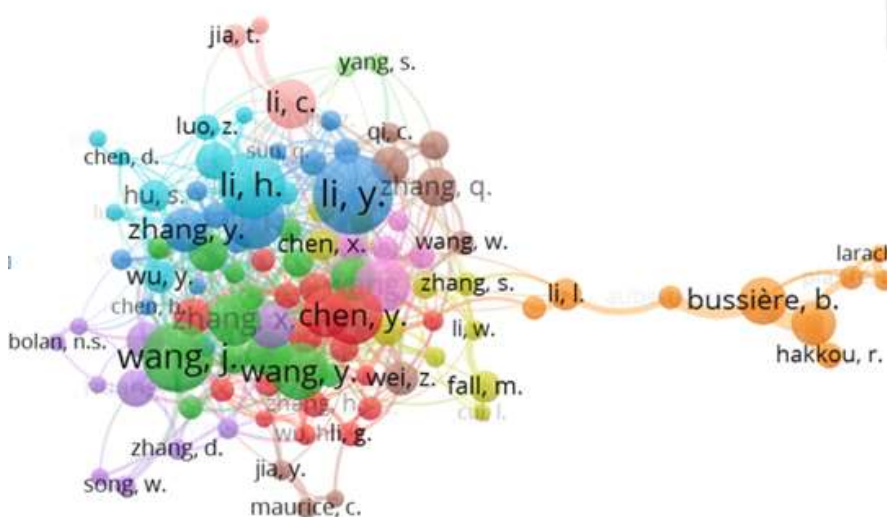
O levantamento foi realizado por meio da pesquisa de trabalhos indexados nas bases de dados da Scopus e Web of Science, considerando-se as publicações nacionais e internacionais dos últimos 10 anos.

Nesta etapa foi realizada como referência as leis da bibliometria (lei de Zipf) que se refere à frequência de palavra-chave no texto e também a lei de Lotka que

relaciona a produtividade do autor levando em consideração o fator de impacto da produção científica dos autores na respectiva área de conhecimento, tendo como palavras-chave para a busca: [(Iron ore tailings-IOT), (Structure formation processes), (Mechanical properties), (Reuse of residues) e (Strength microestrutura)].

Os resultados foram expressos por meio de gráficos, formatados a partir da ferramenta de visualização de redes pelo (software Vosviewer). Essas redes podem incluir periódicos, pesquisadores ou publicações individuais e podem ser construídas com base em autorias, citações, acoplamentos bibliográficos, cocitações, termos ou relações, conforme Figuras 1, 2 e 3.

Figura 1- Pesquisa bibliométrica por autores

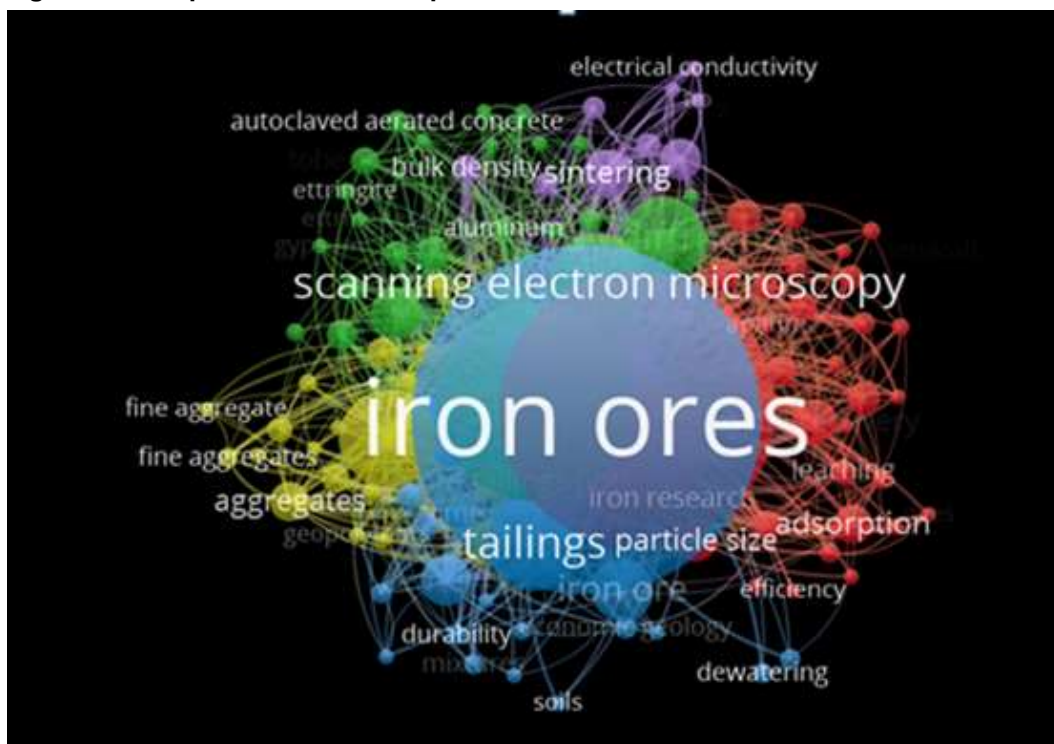


Fonte: (Vosviewer; 2019)

Conforme pode ser visto, a grande concentração das pesquisas está no continente asiático, sendo que China e Índia despontam com um número maior de pesquisadores do rejeito de mineração (IOT).

A Figura 2 mostra a pesquisa bibliométrica realizada por termos, com Iron ores, canning electron microscopy, tailings particle size, flexural strength, adsorption, durability, bulk density, sintering, electrical conductivity, sustainability; ceramic slabs, etc.

Figura 2 - Pesquisa bibliométrica por termos

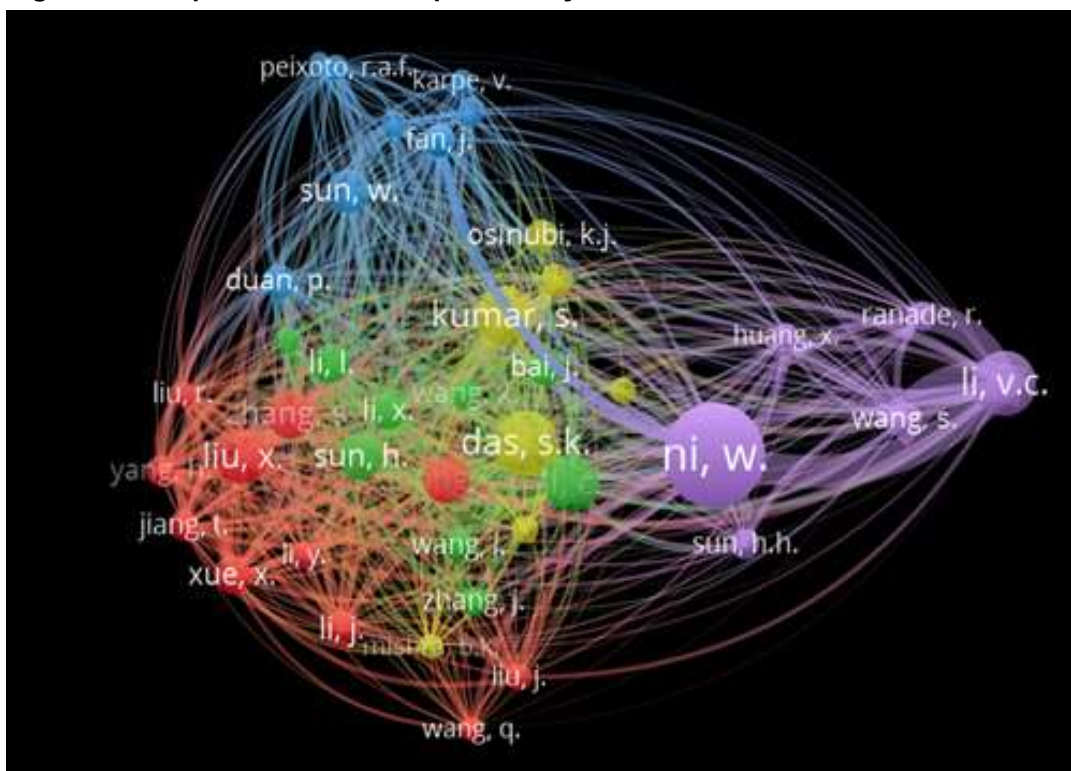


Fonte: (Vosviewer; 2019)

Na pesquisa bibliográfica ou documental os dados de base da pesquisa são obtidos de fontes documentais como fotos, mapas e formulários escritos ou digitais e tem como objetivo desvendar, recolher e analisar as principais contribuições sobre um determinado fato, assunto ou ideia.

Podemos afirmar que a pesquisa bibliométrica é uma pesquisa bibliográfica que conecta os diversos pesquisadores ao redor do mundo através do sistema Scopus e Web of Science, por exemplo ou outras, por citações, formando redes de informações, as quais consolidam os resultados das pesquisas e confirmam hipóteses através das interações entre os diversos pesquisadores sobre determinados assuntos, como mostrado na Figura 3.

Figura 3 - Pesquisa bibliométrica por cocitações



Fonte: (Vosviewer; 2019)

Contando com este importante método de revisão bibliográfica buscou-se identificar o maior número possível de publicações relevantes da área em estudo ocorrido dentro dos últimos 20 anos.

E assim, os periódicos, autores e coautores vão sendo citados durante essa revisão bibliográfica e também na análise de resultados e conclusões.

A incorporação de resíduos industriais em cerâmica vermelha vem se tornando uma prática muito difundida mundialmente e que tem como principal finalidade dar uma destinação final e ambientalmente correta aos resíduos. 30% de um de resíduo proveniente do beneficiamento da polpa do minério de ferro foi utilizado em composição de massa de cerâmica vermelha com o objetivo de avaliar o efeito dessa incorporação na plasticidade, propriedades físicas e mecânicas de corpos cerâmicos queimados em temperaturas de 700, 900 e 1100 °C. Foi investigada também, a microestrutura e correlacionada às propriedades físicas e mecânicas obtidas. Os resultados obtidos mostraram que o resíduo é predominantemente constituído de hematita com tamanho de partícula adequado à incorporação em cerâmica vermelha e que com até 10% em peso melhora a plasticidade da argila, bem como suas propriedades físicas e mecânicas (SOUZA, 2007).

A grande quantidade de rejeitos produzidos em minas causadores de enormes problemas ambientais de curto e longo prazo podem conter metais pesados passíveis de serem imobilizados por técnica de geopolimerização reativa. Tal técnica foi investigada e a inertização avaliada por meio de ensaios de lixiviação efetuados de acordo com a norma EM 12457 após 7 e 28 dias e ao fim de 18 meses. As amostras foram imersas em água durante 1 dia e os metais lixiviáveis presentes na solução teste foi determinada por ICP-OES. Os resultados mostram que vários elementos (Cr, Cu, Ni, Zn e Mn) de rejeitos de minas de ouro são capazes de imobilizar quase completamente (KIVENTERÃ, 2018).

Um tipo diferente de minério de ferro com alto teor de magnésio e baixo teor de silício (IOT) foi utilizado como matéria-prima em substituição à argila para produzir clínquer de cimento por processo convencional de sinterização. Foram investigadas as propriedades do clínquer de cimento sinterizado à 1420°C variando os teores de IOT entre 0 a 20%. Foram encontrados pequenos efeitos na formação de fases mineralógicas com o uso de 10% de IOT na produção do clínquer de cimento (YOUNG, 2019).

Pesquisadores da Universidade de Pádua, na Itália, desenvolveram modernos painéis estruturais leves com isolamento térmico para fachadas de edifícios compostos principalmente de grés porcelânico com porosidade projetada. Foram utilizados rejeitos de mineração, minerais ricos, rocha basáltica e vidros reciclados, tal como o vidro de cal soldada. Matérias-primas perigosas foram estabilizadas pela sinterização a 1000 °C (CETIN, 2015).

Cinzas volantes e rejeitos de hematita em substituição de parte da argila natural na produção de blocos cerâmicos estruturais, os quais misturados, amassados e queimados a temperaturas da ordem de 1000 °C atingiram resistências de 20 a 25 MPa na compressão e concluíram que usar rejeitos de mineração proporciona benefícios para o meio ambiente. Além disso, estão em conformidade com a política ecológica da China e oferecem também uma abordagem promissora e viável (CHEN, 2010).

Foram encontrados excelentes resultados usando rejeitos de hematita como matéria prima principal para preparar tijolos autoclavados de alta resistência. Com 70% de hematita, 15% de cal e 15% a resistência à compressão foi significativamente elevada (entre 18,36 e 21,2 MPa) e 4,21 MPa de resistência à flexão. De acordo com os resultados dos experimentos e o processo de reação de hidratação, inferiu-se que

a tobermorita foi o produto de hidratação significativo que contribuiu para as elevadas resistências dos tijolos autoclavados (ZHAO, 2011).

Na China, como pôde ser visto nos mapas da Vosviewer das figuras 1,2 e 3 IOT são tipos muito comuns de resíduos sólidos perigosos e muitos pesquisadores e instituições que têm desenvolvido pesquisas para minimizar os efeitos maléficos causados ao meio ambiente, bem como para reduzir o alto custo para produção do concreto de ultra-alto desempenho (UHPC). Com 40% de IOT em substituição ao agregado miúdo amostras curadas a 90 dias apresentaram queda de resistência à compressão menor que 11% enquanto que a resistência à flexão aumentou pouco mais de 8% em comparação aos concretos padrão (ZHAO, 2013).

Foram investigados o mecanismo de mistura e o processo de transição de fase de diferentes metais durante a sinterização de tijolos de rejeito com quatro diferentes óxidos metálicos (CuO, PbO, ZnO e CdO) em temperaturas variando de 700 a 1100 °C por duas horas. As propriedades do produto sinterizado foram caracterizadas e os resultados mostraram que as principais fases cristalinas são quartzo, cristobalita, hematita e mulita, enquanto os óxidos metálicos são atribuídos a espinélio de ferrita de cobre (CuFe_2O_4), gahnita (ZnAl_2O_4), espinélio de ferrita de zinco (ZnFe_2O_4), feldspato de chumbo ($\text{PbAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) e feldspato de cádmio ($\text{CdAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Análises posteriores indicam que os metais pesados transitaram para estrutura de espinélio ou silicato com eficiência favorável. Isso indica um bom efeito de fixação de metais pesados a partir da mudança estrutural após o processo de sinterização. Finalmente, os experimentos de lixiviação das amostras sinterizadas sugerem que a lixiviação do metal diminuiu para um valor baixo e estável quando a temperatura de sinterização foi superior a 950 °C, o que atende o padrão da China (WANG, 2019).

Os metais pesados estão presentes naturalmente no meio ambiente, mesmo que não haja ação antrópica o aumento em sua concentração pode ocorrer tanto por processos naturais quanto por atividades humanas. O intemperismo e a lixiviação do solo são exemplos de processos naturais que geram o aparecimento de metais pesados na água e no solo, todavia a extração e o beneficiamento de metais, rejeitos industriais, efluentes domésticos, insumos agrícolas, descarte de produtos comerciais, queima de combustíveis fósseis e descarte de lodo de esgoto são atividades antrópicas associadas à contaminação do meio ambiente por tais metais (MUNIZ FILHO, 2008).

Os impactos causados pela exploração e pelo beneficiamento do minério de ferro foram avaliados em uma mina localizada em Minas Gerais. Os testes indicaram que o resíduo acumulado tem capacidade de retenção de cromo (Cr) e que os sedimentos acumulados (formados principalmente pelo mineral *goethita*) funcionam na retenção de metais pesados e diminuem a dispersão de poluentes (PIRES, 2003).

Ganga como agregados e rejeitos como ligantes foram preparados pelo método de sinterização parcial dos agregados. Os efeitos do conteúdo de agregados, temperatura de sinterização e adição de novos agregados sobre a permeabilidade, porosidade aparente, absorção de água e propriedades mecânicas de tijolos permeáveis preparados foram sistematicamente investigados. Os parâmetros ótimos para preparar os tijolos foram obtidos entre 1180 e 1200 °C por 45 min. Foram misturados 20% de rejeitos, 60 a 70% de ganga e 10 a 20% de resíduos cerâmicos. Os tijolos apresentaram alta permeabilidade (cerca de 0,03 cm/s) e considerável resistência à compressão (superior a 30 MPa). Os resultados encontrados demonstram uma promissora maneira de reutilizar os resíduos sólidos de mina (rejeitos) considerando os aspectos econômicos e ambientais (ZHU, 2017).

Para atender a exigência de material de isolamento térmico em edifícios, foram fabricados tijolos com alta porosidade, alta resistência e baixa condutividade térmica por tecnologia com espuma-gelcasting utilizando rejeitos de ferro residual industrial como matéria-prima. Foram investigados os efeitos dos parâmetros de preparação sobre a composição de fases, microestrutura e resistência mecânica de tijolos sinterizados em referência ao modelo Gibson. Os resultados mostraram que a temperatura de sinterização, o tempo de imersão e o tempo de moagem tiveram efeitos significativos na porosidade, resistência à compressão e microestrutura da cerâmica de rejeitos porosos. A condutividade térmica dos tijolos de rejeitos porosos pode atingir o menor valor de 0,032W/(m.K) com porosidade de 89% (LI, 2019).

Quase metade do volume total do minério de ferro extraído nas operações de mineração é rejeitado e descartado em barragens de contenção e são responsáveis por impactos ambientais consideráveis e risco humano em caso de violação. Materiais coletados em barragens do quadrilátero ferrífero em Minas Gerais-MG foram submetidos a um processo de separação a seco e caracterizados por tamanho, morfologia das partículas, composição química e morfológica. Além do concentrado de minério de ferro recuperado, foram obtidas uma fração de areia e outra de argila. Foi mostrado que a argila pode ser usada sozinha na produção de telhas. Apresentam

plasticidade e resistência a seco adequadas e desenvolvem mulita e vidro na queima. Foram produzidos também azulejos dimensionalmente homogêneos e muito compactos que podem ser classificados nos grupos de absorção como Bla, Blb ou Blla e com alta resistência mecânica (WANNA, 2019).

Foi estudado o lodo de tratamento de água municipal, areia de fundição, resíduos de vidro e sais de neutralização para a produção de cerâmica vermelha. A cerâmica alcançou resistência à flexão até 18,4 MPa, baixos valores de absorção de água e retração linear, demonstrando eficiência deste compósito (MYMRINE, 2016).

Pesquisadores do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (SILVA, 2016) realizaram a caracterização química e mineralógica de estéreis e rejeitos da mineração de ferro da mina de Fundão em Mariana-MG, coletaram amostras de quatro materiais, constituídos de três diferentes estéreis, que, para identificação, foram denominados filito, solo e saprolito e um rejeito da mineração, com o objetivo de caracterizá-los química, física e mineralogicamente.

Os materiais (rejeito, solo, rocha e filito) são pobres em macro e micronutrientes, apresentam baixo teor de carbono orgânico e características físicas que dificultam o desenvolvimento do sistema radicular de plantas. Apresentaram altos valores de densidade do solo e de partículas, que estão relacionados à presença de minerais pesados.

Os materiais estudados, à exceção do filito, apresentaram alta quantidade de areia: mais de 50% do total. O filito apresenta maior capacidade de retenção de água, mas, para revegetação pode proporcionar excesso de água, além de propiciar a formação de uma crosta na superfície devido ao alto teor de silte. A mineralogia das frações argila, silte e areia do saprolito, do solo e do rejeito é basicamente formada por goethita, hematita e quartzo. O filito apresenta, além destes minerais, caulinita, microclínio, gibsita e mica.

O rejeito apresentou alto valor de PH, que pode estar relacionado à utilização de soda cáustica no processo de separação do minério.

Os rejeitos de mineração caracterizam-se por serem materiais friáveis, ou seja, materiais que quando adicionados às massas cerâmicas ocasionam a diminuição de sua plasticidade até um valor ótimo para as mesmas e apresenta constituição química e granulométrica que variam em função da origem do material.

A porcentagem dos rejeitos incorporados às matrizes cerâmicas pode variar entre 10 e 60%, causando ligeiras mudanças nas propriedades mecânicas, retração

e absorção de água “Menezes (2002)”. Embora os rejeitos sejam definidos como redutores de plasticidade, não necessariamente atuam apenas reduzindo a plasticidade das massas cerâmicas, podendo atuar também como agentes formadores de fase vítrea. Em muitos casos este é um fator de grande relevância no sucesso do uso desses rejeitos na produção de tijolos, revestimentos, grés e produtos de baixa absorção de água (produtos com grande valor agregado) evidenciando-se que a fase vítrea formada pode atuar na função de preencher os espaços vazios do material, ou como matriz vítrea ligante de grãos cristalinos (MENEZES, et al., 2002).

O filito apresenta maior variedade de minerais em sua composição, comparativamente aos demais materiais estudados. As frações silte e argila apresentaram maior diversidade de minerais e em maior quantidade, já que os reflexos dos picos são mais evidentes do que na fração areia. De modo geral, a mica, e caulinita, o microclínio e a hematita estão aí presentes. Na fração areia a gibsita também está presente, em função do alto teor de alumínio na composição desse material. Embora com picos pequenos, a sua presença foi mais acentuada do que nos demais materiais, podendo provocar indisponibilidade do fósforo, pela fixação do nutriente.

A composição mineralógica do saprolito apresenta praticamente a mesma composição mineralógica das frações argila, silte e areia. A fração areia possui basicamente quartzo em sua composição.

Na fração silte, além do quartzo, ocorre a presença de goethita e hematita. Isso deve estar relacionado ao desaparecimento dos minerais menos resistentes ao intemperismo, da amostra da rocha já alterada ou pode ser resultante do predomínio de compostos de ferro nestas amostras.

Os materiais estudados evidenciaram altas limitações químicas e físicas para o seu uso em processo de revegetação de pilhas de rejeito, em áreas de mineração de ferro. Isso principalmente devido aos baixos teores de macro e micronutrientes, alta densidade do solo e baixa retenção de água.

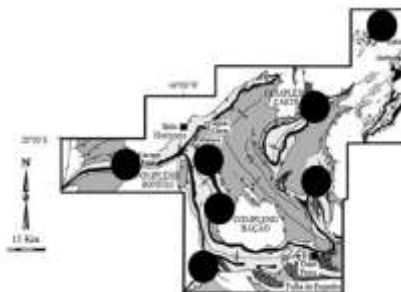
O filito, devido à sua menor condutividade hidráulica, apresenta maior retenção de água, mas devido ao selamento superficial que provoca, pode trazer problemas de erosão nas pilhas de rejeito e afetar o desenvolvimento das plantas na revegetação.

À exceção do filito que contém mica, caulinita e microclínio em sua composição, os materiais estudados não possuem grande diversidade mineral, sendo constituídos principalmente de hematita, goethita e quartzo.

Com o empobrecimento das reservas minerais, as mineradoras buscam alternativas tecnológicas para aumentar as recuperações metalúrgicas em suas plantas de beneficiamento, como também para mitigar os passivos ambientais gerados. Para tanto, a Mineralogia Quantitativa Eletrônica (MQE), uma ferramenta de análise de imagens e composição química, associada a um microscópio eletrônico de varredura, fornece informações sobre a composição mineralógica, liberação e associações dos minerais, tamanho e forma das partículas, partição dos elementos químicos, dentre outras características dos minerais de forma rápida e precisa.

Foi realizada a caracterização mineralógica dos rejeitos de minério de ferro em 7 (sete) amostras do quadrilátero ferrífero em Minas Gerais, por fluorescência de Raios-X (FRX) e volumetria Ávila (2018), coletadas conforme esquema abaixo da Figura 4.

Figura 4 - Pontos de coleta das amostras



Fonte: (Ávila; 2018)

Os resultados encontrados estão na Tabela 2 abaixo.

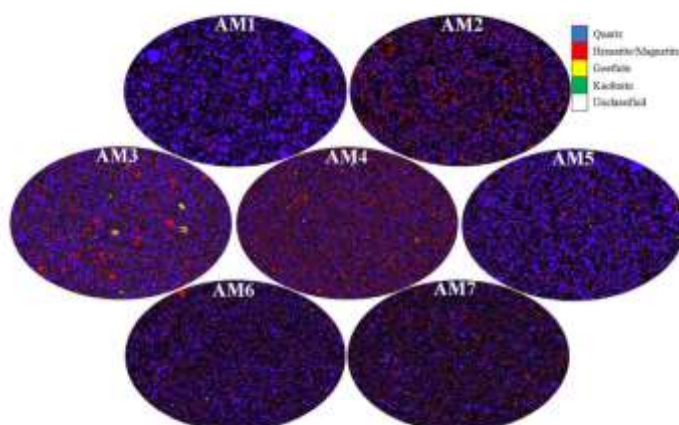
Tabela 2 - Composição química das amostras por FRX e volumetria

Conteúdo (%)	AM1	AM2	AM3	AM4	AM5	AM6	AM7
Fe	11,40	27,38	24,98	32,77	12,70	23,86	26,75
SiO ₂	81,57	57,36	60,16	51,31	79,36	64,23	57,84
Al ₂ O ₃	0,41	2,01	0,76	0,90	0,82	0,50	1,26
Mn	0,018	0,074	0,047	0,018	0,016	0,128	0,017
P	0,008	0,036	0,056	0,027	0,022	0,020	0,008
MgO	0,04	0,05	0,07	0,10	0,00	0,18	0,06
LOI	0,10	1,64	2,63	0,64	1,47	0,57	0,83

Fonte: (Ávila; 2018)

Os maiores teores de SiO₂ estão nas amostras AM1 e AM5. Os maiores teores de ferro estão presentes na amostra AM4, sendo que os menores teores de ferro estão nas amostras AM1 e AM5 (ÁVILA, 2018).

As amostras apresentam características diferentes de tamanho, forma dos grãos e distribuição das fases minerais, embora sejam compostas principalmente por hematita, magnetita e quartzo. O mapa de fases obtido por Mineralogia quantitativa eletrônica (EQM) permite a visualização das características individuais das partículas presentes nas amostras, como na Figura 5 (ÁVILA, 2018).

Figura 5 - Mapa de fases obtido por EQM

Fonte: (Ávila; 2018)

As amostras AM1 e AM5 têm os maiores tamanhos de partículas de quartzo, enquanto AM5 possui grãos arredondados. A AM2 possui uma quantidade maior de hematita/magnetita mais espessa, e partículas mais alongadas. A AM3 apresenta partículas de tamanho e forma variadas, com material de goethita mais espesso, quartzo grosso e fino e também hematita/magnetita. A AM4 exibe uma maior homogeneidade na distribuição de tamanho de partículas e grande quantidade de partículas mais finas contendo ferro. As amostras AM6 e AM7 tem partículas mais finas de hematita/magnetita e as partículas mais grossas são predominantemente quartzo (SILVA, 2018).

O quartzo é o mineral predominante em todas as amostras, exceto a amostra AM4, consistindo em aproximadamente 47% de hematita/magnetita e 43% de quartzo. As demais amostras apresentaram mais de 50% em massa de quartzo. As amostras AM1 e AM5 são as que apresentam maior participação de quartzo, 83% e 75 % respectivamente, conforme a Tabela 3.

Tabela 3 - Composição mineralógica das amostras (EQM) das amostras

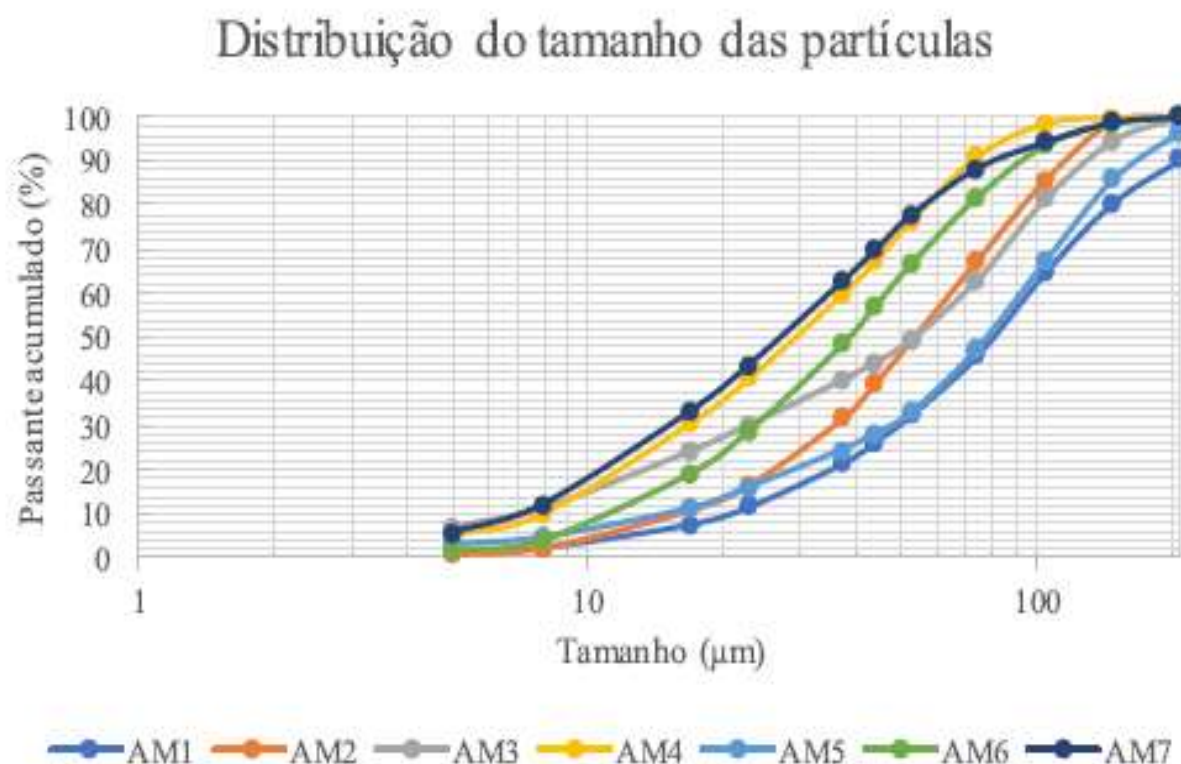
Composição Mineralógica (%)	AM1	AM2	AM3	AM4	AM5	AM6	AM7
Quartzo	82,66	53,70	54,44	42,62	75,08	60,73	50,05
Hematita/ Magnetita	14,50	42,04	28,91	46,69	18,21	33,95	39,47
Goethita	0,90	1,96	12,62	7,09	4,02	2,83	4,55
Caulinita	0,36	0,67	0,12	0,54	0,66	0,31	1,81
Ñ Classificado	0,83	1,20	2,80	2,32	1,71	1,50	3,02
Outros Minerais	0,75	0,43	1,11	0,74	0,32	0,68	1,10

Fonte: (Ávila; 2018)

As amostras AM3 e AM4 destacam-se pelas composições maiores de goethita. Os minerais não classificados têm participações mais altas nas amostras AM3 e AM7, em torno de 3%. É importante destacar que as análises com menos de 5% das fases não classificadas são consideradas confiáveis (ÁVILA, 2018)

Conhecendo a análise de tamanho de partícula, é possível verificar a alta quantidade de partículas com tamanho menor que $37\mu\text{m}$ em AM3 e AM4 em torno de 60 e 10% abaixo de $8\mu\text{m}$ em AM7. A AM3 também apresenta 10% de suas partículas menores que $8\mu\text{m}$, enquanto a AM1 e AM5 apresentam a maior massa de partículas grossas, comparadas às demais amostras com 20 e 14% na massa de $149\mu\text{m}$, respectivamente, conforme Figura 6 (ÁVILA, 2018).

Figura 6 - Curva granulométricas das amostras com granulometria menor que $8\mu\text{m}$



Fonte: (Ávila; 2018)

A distribuição do tamanho cumulativo de amostras por EQM mostra a amostra D50 gama entre $25\mu\text{m}$ e $80\mu\text{m}$. AM4 e AM7 com partículas mais finas e AM1 e AM5 com partículas mais espessas. As curvas de distribuição da AM1 e AM5 são muito semelhantes, embora sejam amostras de diferentes regiões do Quadrilátero Ferrífero, bem como a AM4 e AM7

A maioria das partículas de hematita/magnetita tem tamanhos entre $5\mu\text{m}$ e $37\mu\text{m}$, com AM4 e AM6 tendo cerca de 80% de suas partículas nessa faixa de tamanho. A AM5 possui mais de 45% da massa dessas partículas com tamanhos entre $17\mu\text{m}$ e $37\mu\text{m}$. AM1, AM2 e AM3 tem cerca de 15% da massa desta fase com um tamanho entre $74\mu\text{m}$ e $149\mu\text{m}$. Como AM1 e AM3 são as amostras mais espessas,

com aproximadamente 20% da massa superior a 74 μ m. A AM7 é a amostra com as melhores partículas de hematita/magnetita, aproximadamente 50% de massa abaixo de 17 μ m. Enquanto a AM2 apresenta a maior massa de partículas mais grossas nessa fase, com cerca de 50% acima de 37 μ m (ÁVILA, 2018).

Por serem amostras de rejeitos de minério de ferro, também é necessário caracterizar o quartzo presente na amostra.

O quartzo no interior das amostras com tamanhos de partículas maiores apresenta a maior massa na faixa de 17 a 149 μ m. A AM1 e AM5 apresentam aproximadamente 27% e 19% da massa de suas partículas com tamanho superior a 149 μ m, respectivamente. São amostras que apresentam quartzo mais espesso, cerca de 70% acima de 74 μ m. A AM7 se destaca se destaca pela presença de 15% dessas partículas com tamanho inferior a 17 μ m, enquanto nas demais amostras não atingem 5% de suas massas. AM2, AM3 e AM5 tem cerca de 50% de partículas na faixa de tamanho respectivamente. Enquanto AM4 e AM6 apresentam 56% e 47% da massa de quartzo na faixa de 17 a 37 μ m, respectivamente. A AM4 é a amostra que possui a maior massa de partículas finas de quartzo, mais de 60% abaixo de 37 μ m (ÁVILA, 2018).

Os espectros de liberação de hematita/magnetita mostram a baixa presença de partículas da mistura em todas as amostras, menos de 20%. Assim, as partículas da mistura estão nas classes de liberação superiores a 10% e inferiores a 90%. Enquanto as partículas liberadas apresentam mais de 90% do mineral de interesse, as partículas com menos de 10% do mineral de interesse são partículas de outros minerais. Neste estudo, as amostras são constituídas basicamente por hematita/magnetita e quartzo, de modo que as partículas com menos de 10% de hematita/magnetita em sua composição são partículas de quartzo. As amostras AM2 e AM4 são as que apresentam a maior percentagem de massa de partículas de hematita/magnetita liberadas, em torno de 35%. As amostras AM1 e AM5 apresentam aproximadamente 80% de sua massa correspondentemente a partículas de quartzo e AM4 é a única que possui menos de 50% desse mineral (ÁVILA, 2018).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Rejeito do Minério de Ferro (IOT)

O rejeito do minério de ferro denominado (IOT) foi coletado em 2017, na barragem de Fundão, em Bento Rodrigues, distrito de Mariana em Minas Gerais (MG), onde ocorreu o desastre ambiental de 2015, em quantidade adequada para suprir a demanda dos ensaios a realizar.

3.1.1.1 Composição química

A composição química do IOT foi determinada por fluorescência de Raios-X (FRX) e está apresentada na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição química do IOT por Fluorescência de Raios-X (FRX)

SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	K ₂ O	P ₂ O ₅	TiO ₂	MnO	CaO	MgO	Na ₂ O	SiO ₃	P.F.
58,6%	35,4%	3,2%	0,2%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	2,19%

P.F = Perda ao fogo/Resultados normalizados para 100%

Fonte: (própria; 2017)

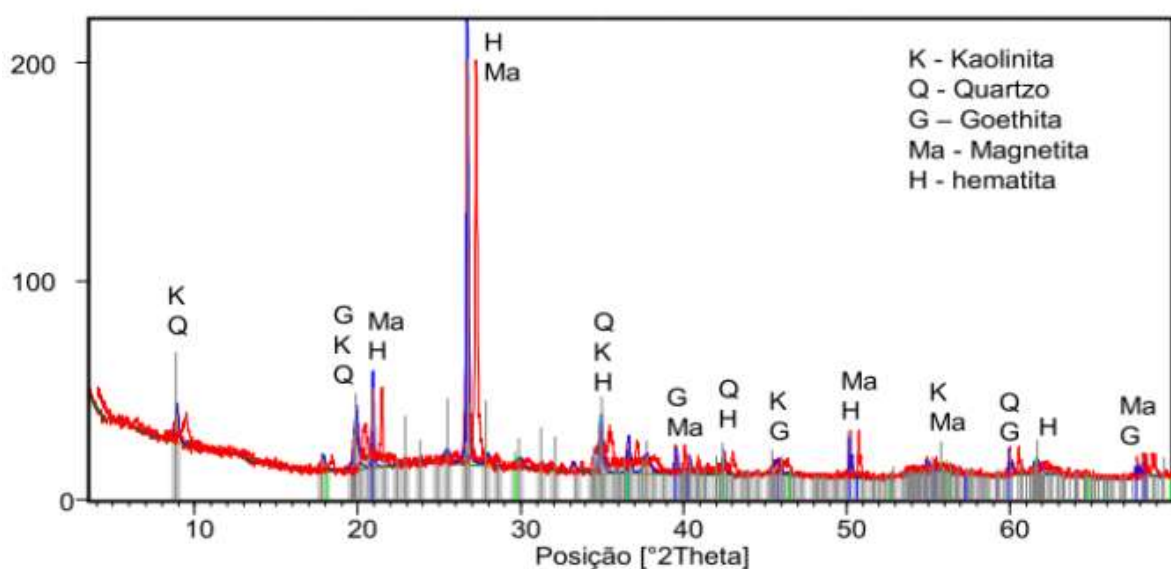
Observando-se a Tabela 4, é notório que o resíduo do minério de ferro (IOT) é composto basicamente por SiO₂ (58,6%), Fe₂O₃ (35,4%) e Al₂O₃ (3,2%), contendo traços de outros óxidos como titânio, manganês, cálcio, magnésio e sódio. Altas concentrações de silício e alumínio constituem as fases minerais, provavelmente devido à mistura de matéria orgânica na barragem de contenção onde o resíduo foi depositado.

A composição química do IOT encontrada por FRX é bastante semelhante àquela encontra por Ávila (2018) na amostra 6 (AM6) ou seja 60,73% de quartzo e 33,95% de hematita/magnetita, sendo que amostra AM6 tem partículas mais finas e as partículas mais grossas são predominantemente quartzo na forma de sílica.

3.1.1.2 Composição mineralógica do IOT

Na análise cristalográfica do difratograma de Raios-X apresentado na Figura 7 podem ser visualizados os picos dos principais minerais encontrados no rejeito da produção de ferro e a Tabela 5 contém as fórmulas dos minerais encontrados.

Figura 7- Difratograma dos elementos mineralógicos do IOT por DRX



Fonte: (Pedroso ; 2020)

Tabela 5 - Fórmula química dos elementos componentes do DRX

Mineral	Fórmula
Hematita	Fe_2O_3
Magnetita	Fe_2O_4
Goethita	$FeO(OH)$
Quartzo	SiO_2
Caolinita	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$

Fonte: (Pedroso; 2020)

A composição mineralógica determinada por Raios-X do IOT mostrada na Tabela 5 revela que os picos de maior intensidade pertencem aos minerais de hematita (Fe_2O_3) e magnetita (Fe_2O_4) com o pico de incidência em 27°.

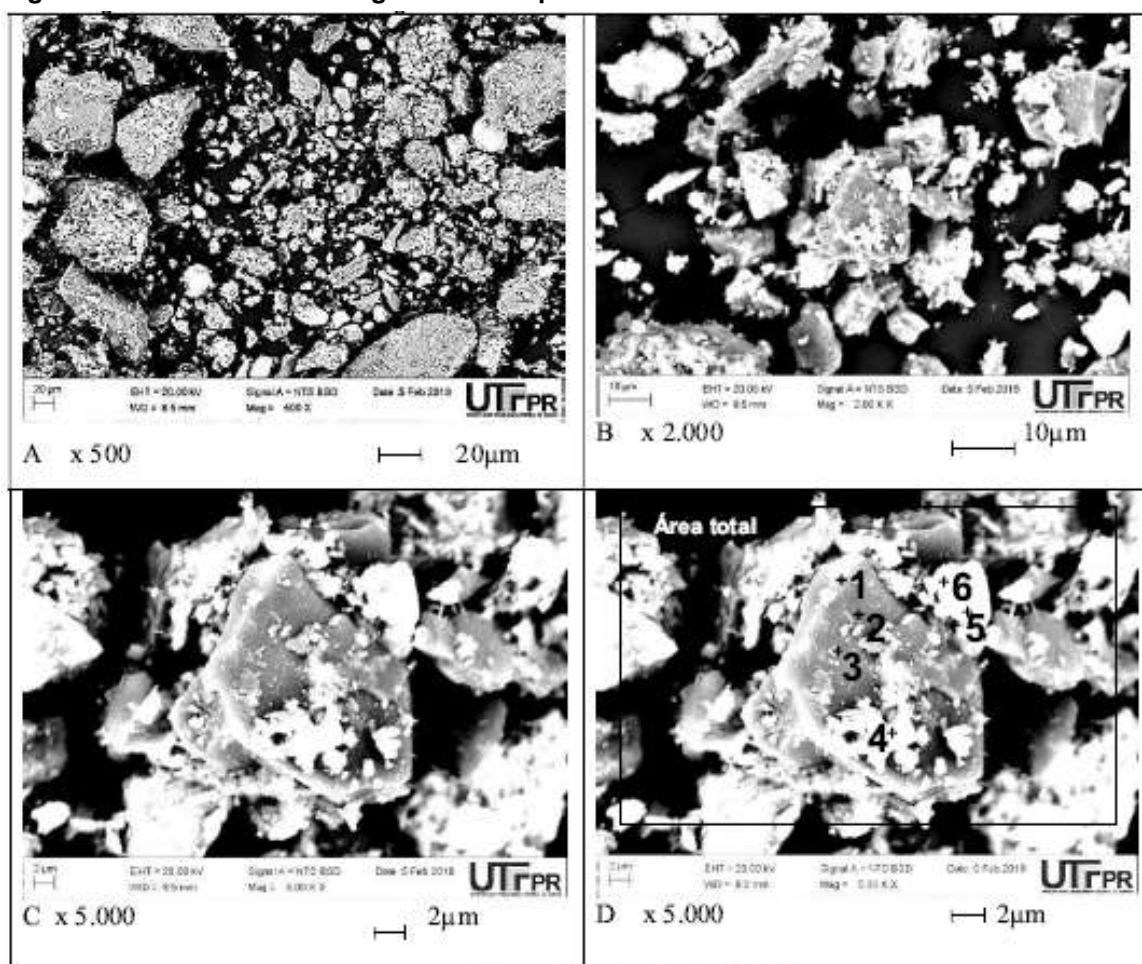
Também são evidentes picos de outros minerais, como exemplo a caolinita nos picos de 9°, 20°, 46° e 55°, o quartzo nos picos de 9°, 20°, 35°, 43° e 6°, a goethita

nos picos 40°, 46°, 60° e 68°, a magnetita nos picos 21°, 27°, 40°, 50°, 55° e 68° e a hematita nos picos de 21°, 27°, 35°, 43°, 50°, e 62° (RUY, 2022).

3.1.1.3 Estrutura morfológica do IOT

Na Figura 8, são apresentadas as estruturas morfológicas do IOT, visualizadas por microscopia eletrônica de varredura – MEV. Na Figura 8D estão os pontos escolhidos para a leitura dos elementos químicos da amostra.

Figura 8 - Estruturas morfológicas do IOT por MEV



Fonte: (Pedroso; 2020)

É possível observar na Figura 8A e Figura 8B, partículas de diferentes tamanhos e que não possuem nenhuma ligação química entre si. Um corpo de superfície lisa com eventuais impurezas em seu redor é visível na Figura 8C e mede aproximadamente 20µm em sua maior extensão. Na Figura 8D com ampliação de 5000x, observa-se a superfície lisa com eventuais impurezas em seu entorno e

também poucas elevações e considerável quantidade de vazios, evidenciando ser um resíduo granular irregular (PEDROSO, 2020).

Com auxílio do Energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS) na Figura 8D e na Tabela 6, foi possível identificar a inexistência de formas cristalinas, pois a variação da composição química dos diferentes pontos e área total é bastante alta.

Sobre a Figura 8D, os pontos 1,2 e 3 indicam que pode ser uma partícula de quartzo, já os pontos 4, 5 e 6 pode ser uma partícula de minério de ferro e ao final, a área total evidencia que nesta região analisada existe uma quantidade maior de partículas de ferro, como visível na Tabela 6.

Tabela 6 - Composição microquímica do IOT através do EDS

Espectro	Si	Fe	Al	Total
1	92,65	6,71	0,64	100,00
2	92,41	6,80	0,79	100,00
3	94,73	4,79	0,49	100,00
4	9,17	88,71	2,11	100,00
5	2,50	96,19	1,31	100,00
6	7,74	89,16	3,07	100,00
Área Total	26,56	64,86	7,81	100,00

Fonte: (Pedroso; 2020)

Conforme pode ser observado na Tabela 6, é possível afirmar tratar-se de uma amostra amorfa, por conter diversos elementos em quantidades distintas. Podemos inferir ainda que o alumínio encontrado trata-se de uma impureza da amostra selecionada.

3.1.1.4 Massa específica do IOT

A massa específica do IOT foi determinada pelo método do frasco de Chapman, conforme previsto na NBR NM 52 (ABNT, 2009) e resultou em 3,28 g/cm³.

3.1.1.5 Determinação da composição granulométrica do IOT

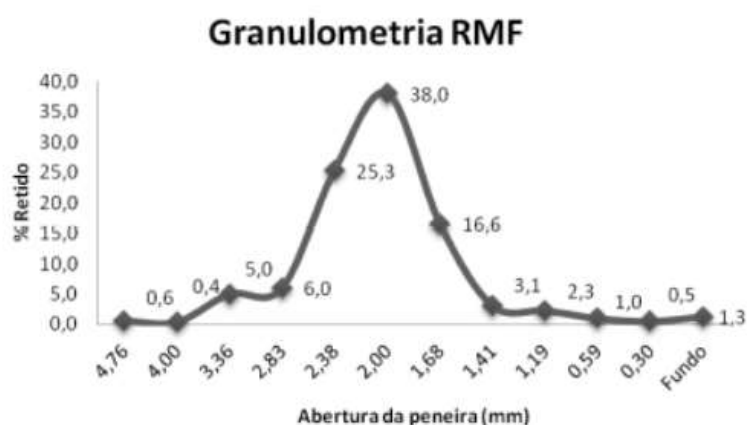
A composição granulométrica do IOT foi determinada por meio das peneiras da série normal e intermediárias, conforme previsto na NBR NM 248 (ABNT, 2001), tendo resultado nos valores da Tabela 7.

Tabela 7 – Composição Granulométrica do IOT por peneiras

Abertura (mm)	Retido (g)	% Retido	Soma %
4,76	0,06	0,60	0,60
4,00	0,04	0,40	1,00
3,36	0,50	5,00	6,00
2,83	0,60	6,00	12,00
2,38	2,53	25,30	37,30
2,00	3,80	38,00	75,30
1,68	1,66	16,59	91,89
1,41	0,31	3,10	94,99
1,19	0,23	2,30	97,29
0,59	0,10	1,00	98,29
0,30	0,05	0,50	98,79
Fundo	0,13	1,30	100,00
Total	9,87	99,89	

Fonte: (Pedroso; 2020)

Figura 9 – Curva da distribuição granulométrica do IOT



Fonte: (Pedroso; 2020)

Observa-se na Figura 9, que o IOT foi classificado como agregado miúdo, cujos grãos passam pela peneira com abertura de malha 4,75mm, conforme

especificações da NBR 7211 (ABNT, 2009). A composição foi obtida pelas peneiras 2,38mm à 250µm e em um granulômetro laser Cilas 1064.

Após o peneiramento, o resíduo foi dissolvido em água destilada, em solução de 10%, em seguida realizada a leitura no peagâmetro, feita em função da leitura do eletrodo quando submerso na amostra. Foi obtida uma leitura de pH = 10,21, o que evidenciou a sua alcalinidade (PEDROSO, 2020).

3.1.2 Areia de Fundição

A areia de fundição, cedida por indústrias da Região Metropolitana de Curitiba (RMC) tem em sua composição a sílica de alta qualidade, possuindo um físico uniforme. Estudos anteriores comprovam a compatibilidade dela com demais componentes da cerâmica. Foi avaliada a produção de porcelana, faiança triaxial usando areia a partir de moldes de ferro fundido como matéria-prima em vez de sílica e vidro reciclado no lugar de feldspato (BRAGANÇA, 2006).

Foram avaliadas as propriedades de engenharia de materiais de baixa resistência controlada, contendo subproduto de fundição de areia. Os dados apresentados mostraram que a areia de fundição pode ser utilizada com sucesso e fornece propriedades semelhantes às melhores areias comuns (TIKALSKI, 2000).

3.1.2.1 Composição química

Tabela 8 - Composição química da areia de fundição por fluorescência de Raios-X (FRX)

Composição química da AF (%)			
Óxidos	%	Óxidos	%
SiO ₂	94,65	SO ₃	0,19
Al ₂ O ₃	2,26	CaO	0,14
Fe ₂ O ₃	1,96	TiO ₂	0,13
Na ₂ O	0,26	Cr	0,12
MgO	0,24	K ₂ O	0,08
PF (%)		3,70	

Fonte: (Pichorim; 2018)

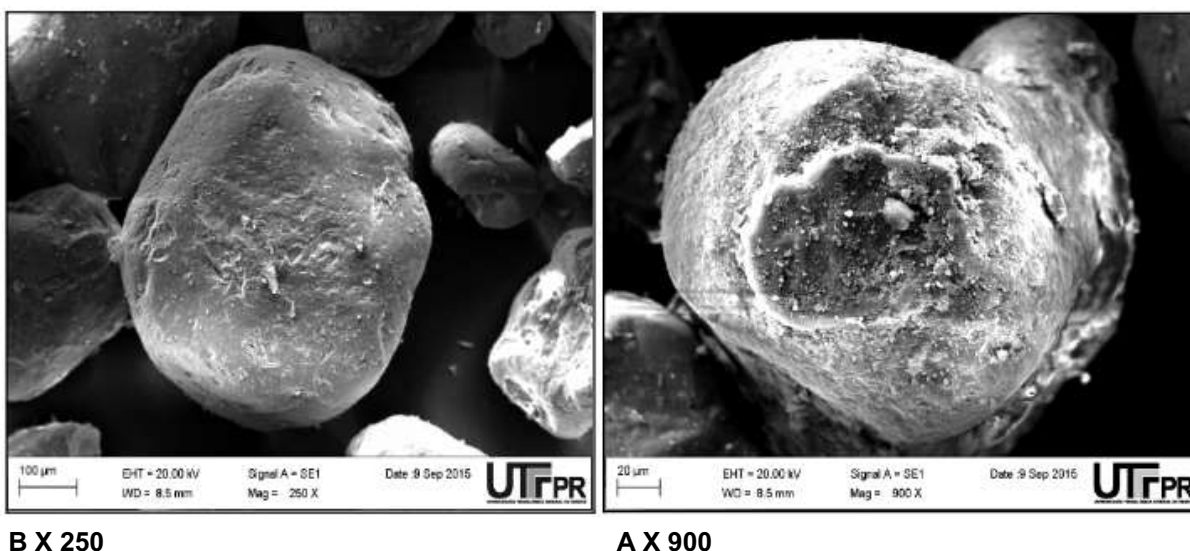
Na Tabela 8, o óxido com maior percentual é o dióxido de silício (SiO₂), seguido do de alumínio (Al₂O₃) e do de ferro (Fe₂O₃). É observada também, a presença de Na₂O, MgO, SO₃, CaO, TiO₂, Cr e K₂O nos percentuais entre 0,26% e 0,08%. Este

material apresenta teores de Cr e TiO₂, cujo somatório dos elementos é 0,23%, estando acima do permitido pela NBR 10004 (ABNT, 2004), porém após sinterização ficaram abaixo (PICHORIM, 2018).

3.1.2.2 Caracterização morfológica da areia de fundição

A caracterização morfológica da areia de fundição residual foi observada a partir da microscopia eletrônica de varredura, e seus resultados são indicados por intermédio de imagens ampliadas, apresentadas na Figura 10.

Figura 10 - Areia de fundição residual por microscopia eletrônica de varredura - MEV



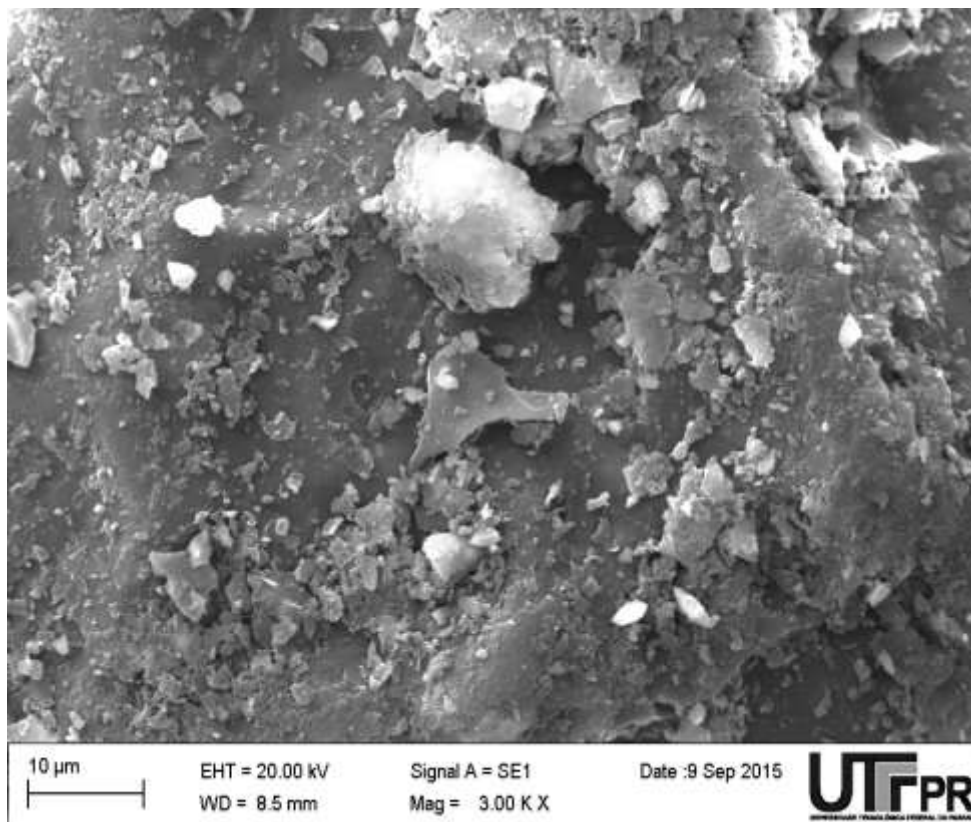
Fonte: (Ribas; 2017)

Observando-se as micrografias das Figura 10A e Figura 10B podem ser percebidos grãos de areia deformados e de tamanhos diferentes devido a submissão das mesmas a altas temperaturas. Nota-se que não há nenhuma ligação entre os grãos, ou seja, não ocorreu fusão e tampouco formação de novas estruturas, porém podem ter se formado novos elementos químicos.

Para conferir a composição química foi utilizada a Espectrometria de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS). A caracterização química da superfície da areia de fundição apresenta 1 (um) ponto específico em uma área de aproximadamente 80µm² que apresenta diversas partículas não ligadas em sua superfície.

A imagem da Figura 11 ampliada em 3000 vezes apresenta diversas partículas não ligadas em sua superfície que correspondem aos elementos químicos bem como suas composições em porcentagem (%), registrados na Tabela 9.

Figura 11 - Elementos químicos por EDS areia de fundição residual



Fonte: (Ribas; 2017)

Tabela 9 - Caracterização química da areia de fundição por EDS

Elemento Químico	Composição no ponto 1 (%)
Carbono	79,83
Nitrogênio	15,35
Alumínio	0,28
Sílica	4,25
Ferro	0,59
Total	100,00

Fonte: (Ribas; 2017)

3.1.3 Borra de vidro da lapidação de vidros automotivos

A borra da lapidação de vidros foi cedida por indústrias automobilísticas da Região Metropolitana de Curitiba (RMC). O vidro é um material duro, frágil e resistente à corrosão cuja composição química aproximada é: SiO₂ (71 a 73%), Na₂O (12 a 14%) e CaO (10 a 12%). Os óxidos alcalinos presentes na composição funcionam como modificadores de rede da sílica, onde os mesmos deixam mole a estrutura do vidro, pela geração de oxigênios não pontes.

3.1.3.1 Composição química por fluorescência de Raios-X (FRX)

Tabela 10 - Caracterização química da borra de vidro por FRX

Vidro	SiO ₂ (%)	CaO (%)	Na ₂ O (%)	MgO (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	K ₂ O (%)	P.F.	Outros
	75,50	8,46	10,00	3,04	0,70	0,30	0,45	1,39

Fonte: (Ribas; 2017)

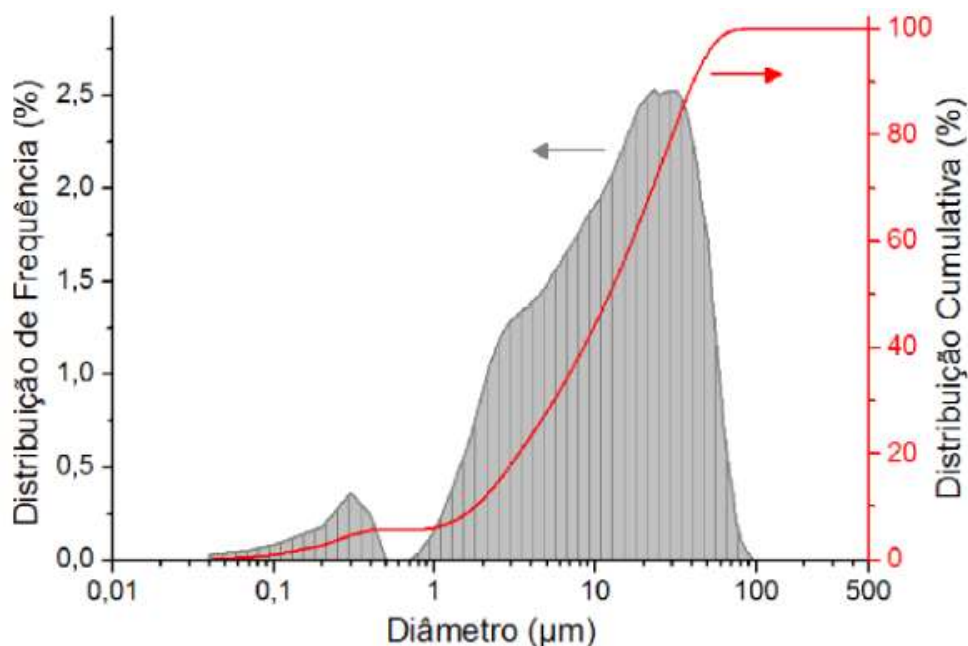
3.1.3.2 Determinação da composição granulométrica

A reciclagem do resíduo de vidro com baixa granulometria, como demonstrado na Figura 12 é evitada pela indústria vidreira para impedir que ocorra o arraste de pó pela chaminé dos fornos de fusão, assim como a deposição de vidro fundido nas paredes internas dos fornos e regeneradores, acarretando na inclusão de bolhas no produto final e assim sendo a borra torna-se um passivo ambiental que necessita de estudos para reaproveitamento.

Quanto mais fino o pó do resíduo, maior será sua reatividade na massa cerâmica e quanto mais próxima for sua granulometria à da argila, menor será sua tendência à segregação durante a moagem e a mistura, evitando a formação de aglomerados de resíduo.

No resultado do ensaio de granulometria a laser, o qual está demonstrado na Figura 12 abaixo, pode ser observado que o resíduo apresenta uniformidade dimensional (100% das partículas < 90 µm) e partículas muito finas (tamanho médio de 17,05 µm), pelo fato de ser proveniente de um processo de lapidação.

Figura 12 - Granulometria laser da borra da lapidação de vidros planos



Fonte: (Filogônio; 2014)

Para tanto, o resíduo passou por moagem em Moinho Pulverizador de Panela AMP1-M de panelas e peneiramento até a fração passante na peneira de 60 mesh (FILOGÔNIO, 2014).

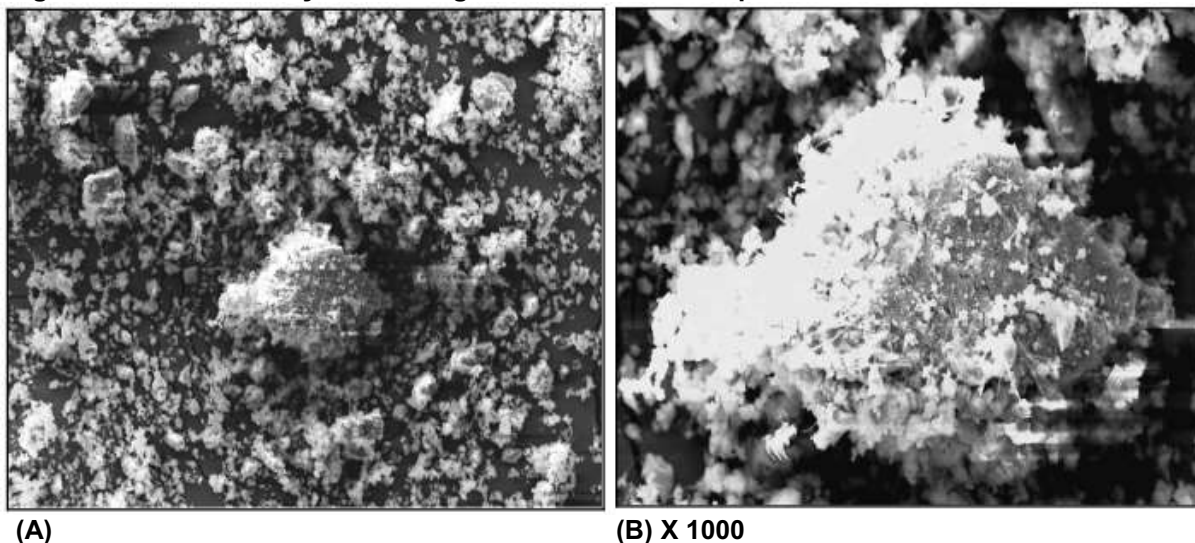
Composições com lodo da estação de tratamento de água (ETA), areia de fundição, resíduos de vidro e sais de neutralização de ácido foram preparadas para a produção de cerâmica vermelha.

Foram encontrados 18,4 MPa de resistência à flexão em corpos de prova sinterizados à 1050°C, baixos valores de absorção de água e baixa retração linear (MYMRINE, 2015).

3.1.3.3 Caracterização morfológica da borra de vidro por MEV e EDS

A caracterização morfológica do vidro foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e seus resultados podem ser vistos por intermédio de imagens ampliadas, apresentadas na Figura 13.

Figura 13 – Caracterização morfológica da borra de vidro por MEV



Fonte: (Ribas; 2017)

Nas micrografias eletrônicas da Figura 13A e Figura 13B (aumentada em 1000 vezes), o vidro está em pó e sua imagem foi aumentada mil vezes. Sua menor partícula é menor que de $1\mu\text{m}$, de acordo com a figura, onde pode se observar que as partículas estão soltas e não ligadas. Há uma variação quanto ao tamanho. É possível observar pequenos fios no aglomerado de vidro, mais visível na Figura 13B, podendo ser cristais oriundos do vidro, ou impurezas advindas no momento da moagem da matéria. Foram selecionados pontos para determinação química por EDS que podem ser vistos na Figura 14.

Figura 14 - Pontos para determinação química por EDS



Fonte: (Ribas; 2017)

Tabela 11 - Caracterização química do vidro por EDS

Elemento Químico	Ponto-1 (%)	Ponto-2 (%)	Ponto-3 (%)	Ponto-4 (%)	Ponto-5 (%)	Ponto-6 (%)
C	69,56	68,48	68,10	73,76	65,42	76,36
Na	7,08	4,89	6,08	4,74	5,30	3,24
Mg	1,21	1,58	1,24	1,19	1,57	0,86
Al	0,38	0,51	1,76	0,32	0,39	0,19
Si	18,41	21,75	19,25	17,05	22,44	15,15
K	0,00	0,00	0,24	0,00	0,18	0,00
Ca	3,35	2,79	2,66	2,94	4,70	2,67
TOTAL	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Fonte: (Ribas; 2017)

3.1.4 Caolim

3.1.4.1 Composição química por fluorescência de Raios-X (FRX)

Tabela 12 - Caracterização química do *caolim* por fluorescência de Raios-X (FRX)

	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	SO ₃ (%)	K ₂ O (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	TiO ₂ (%)	P ₂ O ₅ (%)	P.F.(%)
Caolim	46,10	35,20	0,60	0,50	0,40	< 0,1	< 0,1	15,02

Fonte: (Ribas; 2017)

A caulinita ou *caolim* é um argilo-mineral de alumínio hidratado, 1:1, formado pelo intemperismo gerado pela hidrólise parcial, em condições de drenagem menos eficientes, onde todo o potássio é totalmente eliminado por quebra pela água, e 66% da sílica permanece no mineral. A caulinita é utilizada na fabricação cimento, assim como de porcelana e cerâmica quando apresenta um grau de pureza muito alto. Apresenta coloração muito clara, o que possibilita seu uso também, pela indústria de papel.

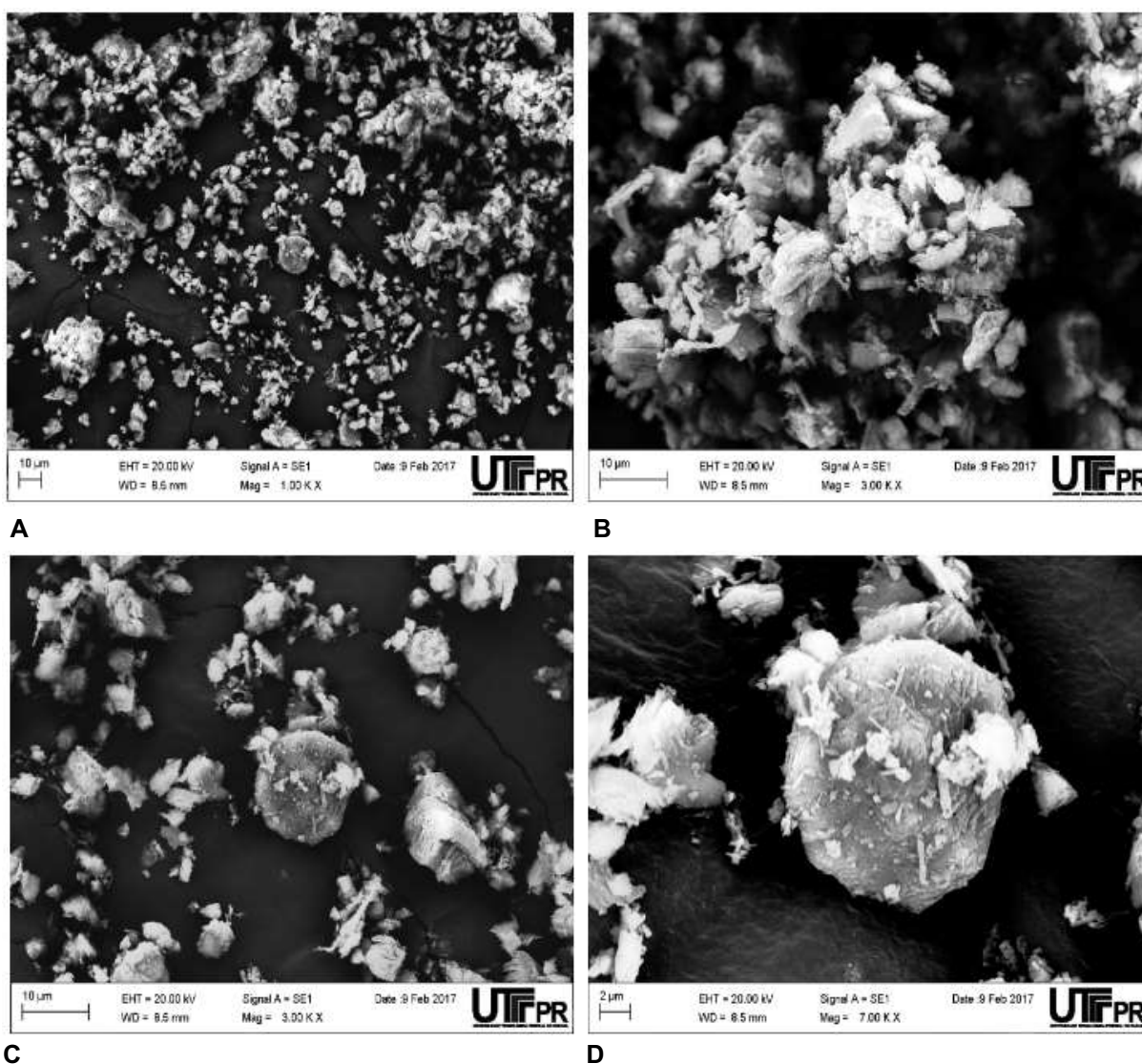
É uma argila branca, constituída essencialmente de caulinita. Há mais de três mil anos, os chineses já usavam o *caolim* para fazer porcelana. O *caolim* é uma rocha constituída de material argiloso, com baixo teor de ferro e cor branca. É um silicato de alumínio hidratado, de composição química aproximada à (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O).

3.1.4.2 Composição morfológica do *caolim* por MEV e EDS

O caolim foi adquirido na Região Metropolitana de Curitiba (RMC).

A caracterização morfológica do *caolim* foi observada a partir do equipamento de microscopia eletrônica de varredura e visualizada por intermédio de imagens aumentadas, apresentadas na Figura 15.

Figura 15 - Morfologia do *Caolim*

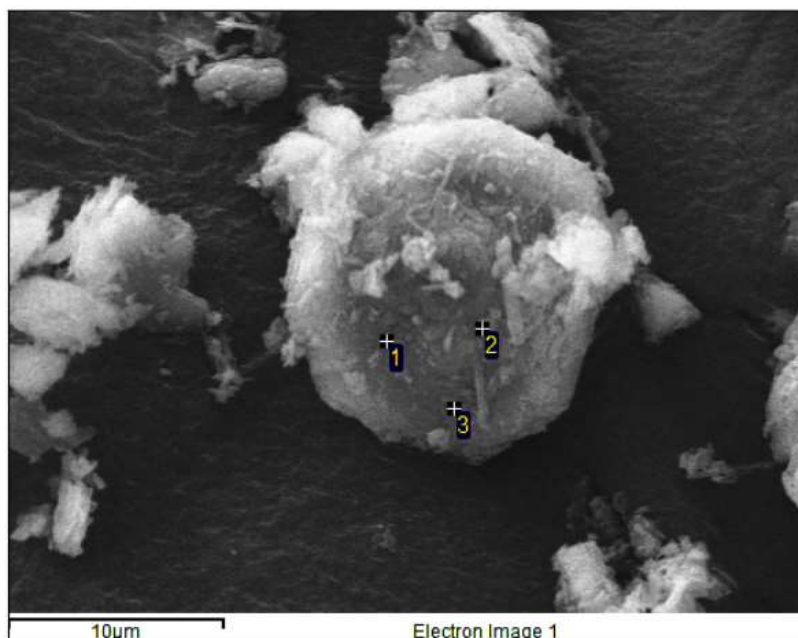


Fonte: (Ribas; 2017)

As Figura 15A, Figura 15B, Figura 15C e Figura 15D com um aumento de 100x, 200x, 300x e 700 vezes, respectivamente, comprovam mesclados, contendo partes mais finas e outras com a espessura maior que 10 μ m. Pode também ser

observado em Figura 15D, partículas agudas, sobrepostas em uma partícula de um tamanho superior. Há partículas com formas características da caulinita.

Figura 16 - Pontos para análise química por EDS



Fonte: (Ribas; 2017)

A análise por EDS apresenta a caracterização química da superfície do *caolim*. A Figura 16 apresenta a inserção de três pontos distintos da amostra para indicar a presença dos elementos químicos presentes.

Tabela 13 - Caracterização química do *caolim* por EDS

CAOLIM	Elemento Químico	Ponto-1 (%)	Ponto-2 (%)	Ponto-3 (%)
	C	21,52	28,51	35,09
	Al	75,78	60,73	59,74
	Si	2,60	10,76	5,17
	TOTAL	100,00	100,00	100,00

Fonte: (Ribas; 2017)

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Procedimentos Metodológicos

A seguir elencamos os procedimentos a serem utilizados para obtenção dos objetivos propostos:

- Estudar a literatura científica e tecnológica mundial sobre os métodos de utilização dos rejeitos de tratamento de minérios, em especial do minério de ferro (lodo de Mariana), areia de fundição, borra da lapidação de vidro e da caulinita;
- Estudar, incluir no texto e preparar os demais resíduos (areia de fundição, borra da lapidação de vidros e *caolim*) já caracterizados pelos demais membros do grupo de pesquisa do Professor Orientador e incluir suas caracterizações físicas, químicas, mineralógicas e morfológicas na presente tese com a finalidade de melhor compreender e inferir sobre os fenômenos e as interações químicas e morfológicas que ocorrerão em função das composições frente às temperaturas de queima.
- Realizar um teste de hipóteses para validar a hipótese alternativa de que existe influência da composição e da temperatura nas principais propriedades da cerâmica tais como retração linear, absorção de água, densidade aparente e resistência à flexão;
- Realizar estudo estatístico para determinar a quantidade mínima de amostras;
- Ensaiar as propriedades químicas e mineralógicas das matérias-primas;
- Realizar a dosagem das composições variando os teores de matérias primas;
- Conformar 40 placas cerâmicas de cada composição em molde metálico apropriado, nas dimensões 60 x 20 mm contendo 20 gramas cada placa e prensagem uniaxial em prensa hidráulica com carga de 10 MPa;
- Realizar ensaios de absorção de água, retração linear, densidade aparente e módulo de resistência à flexão em datas pré-definidas;
- Realizar os ensaios das propriedades químicas e mineralógicas das composições elaboradas através dos ensaios de: Difração de Raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-X (FRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectrômetro Dispersivo de Energia (EDS);
- Analisar os resultados obtidos do ponto de vista estatístico e comparando-os com as Normas Brasileiras da ABNT.

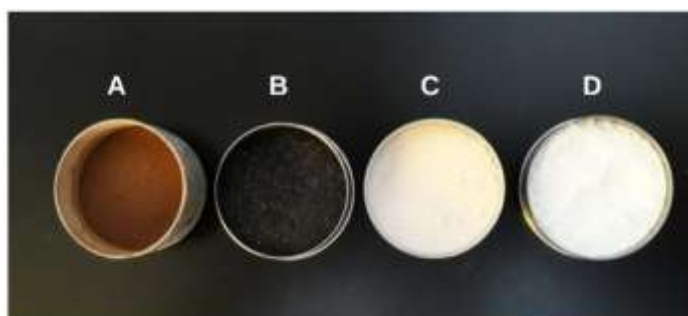
- Realizar operações para determinação das propriedades, conforme o fluxograma da Figura 17.

Figura 17 - Fluxograma do processo de manufatura dos cps e dos ensaios.



Fonte: (própria; 2018)

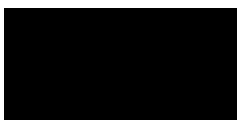
Figura 18 - IOT (A), Areia de fundição (B), borra de vidro (C) e caolim (D)



Fonte: (própria; 2020)

3.2.1.1 Determinação da amostra mínima

A amostra mínima a fim de garantir estatisticamente a distribuição e confiabilidade dos resultados, dentro de um nível de confiança de 95%, foi determinada pela equação:



Onde: n = número de repetições;

E_r = erro relativo admitido da estimativa, fixado em 10%;

CV = coeficiente de variação da amostra;

$Z_{\alpha/2}$ = valor tabelado que, para $\alpha = 5\%$ de significância possui o valor de 1,96.

Assumindo como viável um CV de 10%, tem-se $n = 1,96^2 = 3,84$, ou seja, com no mínimo 4 exemplares é possível obter respostas a um nível estatístico de confiança de 95%, entretanto foram queimados 5 (cinco) exemplares de cada composição para que caso alguns exemplares se afastassem muito da média se pudesse contar com os 4 (quatro) exemplares mínimos.

3.2.1.2 Dosagem das composições variando os teores de matérias-primas

Inicialmente foram preparadas 30 composições sendo que para cada composição foram moldados 6 (seis) espécimes. Em cada composição foram variados os percentuais de matérias-primas. Em cada grupo de 6 (seis) amostras foi mantido o teor de IOT e variados os teores de areia de fundição, vidro e *caolim*. Os teores de umidade das misturas variaram entre 15 e 17% de água, sendo que os teores foram verificados experimentalmente e corrigidos com a utilização de um tubo de ensaio e pipeta apropriada. As composições das 30 amostras estão representadas na Tabela 14.

Tabela 14 - Composição das misturas

Composição Número	IOT (Mariana) %	Areia fundição %	Vidro %	Caolin %
1	0	5	10	85
2	0	10	10	80
3	0	15	10	75
4	0	20	10	70
5	0	25	10	65
6	0	30	10	60
7	10	5	15	70
8	10	10	15	65
9	10	15	15	60
10	10	20	15	55
11	10	25	15	50
12	10	30	15	45
13	15	5	20	60
14	15	10	20	55
15	15	15	20	50
16	15	20	20	45
17	15	25	20	40
18	15	30	20	35
19	20	5	25	50
20	20	10	25	45
21	20	15	25	40
22	20	20	25	35
23	20	25	25	30
24	20	30	25	25
25	25	5	30	40
26	25	10	30	35
27	25	15	30	30
28	25	20	30	25
29	25	25	30	20
30	25	30	30	15

Fonte: (própria; 2018)

Para cada composição foram moldados e prensados 40 (quarenta) corpos de prova com dimensões de 60 x 200 x 7 mm, prensados uniaxialmente em prensa hidráulica a 10MPa como na Figura 19 e posteriormente sinterizados e ensaiados.

Figura 19- Conjunto molde metálico e prensa hidráulica



Fonte: (própria; 2018)

3.2.1.3 Secagem, sinterização e medição das características físicas e mecânicas dos corpos de prova (cps).

Após a moldagem os corpos de prova foram secos em estufa a temperaturas de $100\pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas e posteriormente foram armazenados em caixas de papelão vedadas ao ar e guardadas trancadas em armário de madeira aguardando as datas para a queima, com a finalidade de evitar a reabsorção de água.

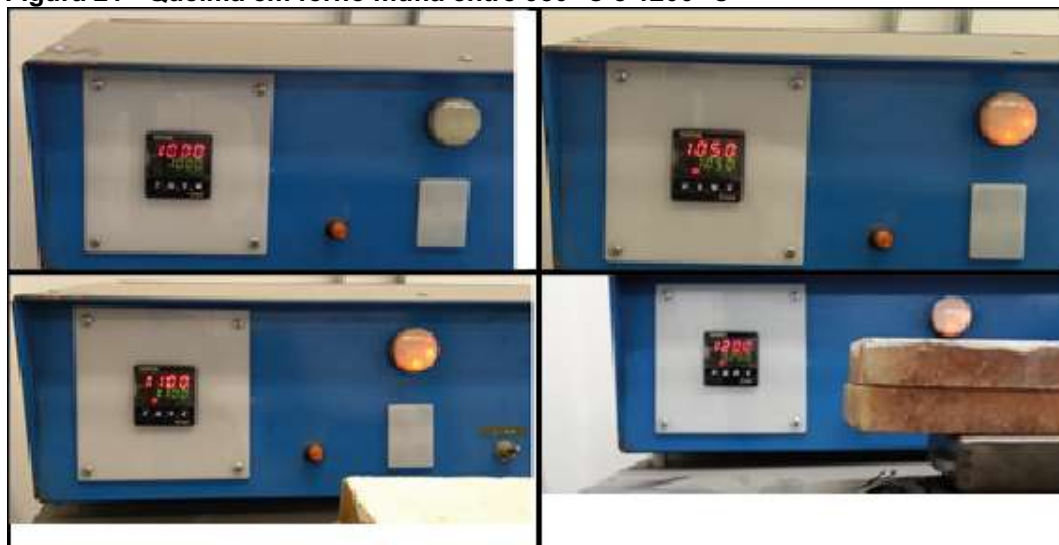
Foram selecionados aleatoriamente 05 (cinco) corpos de prova (cps) de cada composição, resultando um total de 30 (trinta) cps que foram sinterizados em um forno tipo mufla, temperatura máxima 1200°C com controlador de temperatura, microprocessado em temperaturas de 950, 1000, 1050, 1100, 1150 e 1200°C , demonstrado conforme Figura 20 e Figura 21.

Figura 20 - Amostra de cps prontos a queima



Fonte: (própria; 2019)

Figura 21 - Queima em forno mufla entre 950 °C e 1200 °C



Fonte: (própria; 2019)

3.2.1.4 Características físicas e mecânicas das cerâmicas desenvolvidas

Inicialmente, seis corpos de prova foram medidos com paquímetro digital com precisão milimétrica e pesados com balança de precisão decigrama e posteriormente foram imersos em água por 24 horas para medição do teor de absorção de água e

outros 6 (seis) cps foram submetidos à ruptura em prensa hidráulica EMIC, modelo DL20. Os resultados foram obtidos conforme a seguir:

- a) Para o cálculo da retração linear foi utilizada a equação abaixo conforme previsto na NBR 13818/97 (ABNT):

$$RL(\%) = \frac{Li - Lf}{Li} \times 100$$

Onde:

■: retração linear (%);

■: comprimento inicial do corpo de prova (mm);

■: comprimento do corpo de prova após queima (mm).

- b) Para o cálculo da absorção de água foi utilizada a equação abaixo conforme NBR ISO 10545-3 (ABNT) Placas cerâmicas. Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e densidade aparente. Rio de Janeiro 2020:

$$AA(\%) = \frac{Mh - Ms}{Ms} \times 100$$

Sendo: ■

■: absorção de água (%);

■: massa do CP saturado de água (g);

■: massa do material queimado e seco (g).

- c) Para o cálculo da densidade aparente (DA) dada em g/cm³ foi utilizada a equação abaixo, que segundo a NBR ISO 10545-3 (ABNT) é representada pelo quociente da massa do corpo de prova seco pelo volume aparente da parte sólida, calculado pela fórmula:

$$DA = \frac{Ms}{Mh - Mi}$$

Onde:

■ = densidade aparente (g/cm³)

■ = massa do material queimado e seco (g)

■ = massa do CP saturado de água (g)

■ = massa hidráulica do corpo imerso em água (g)

d) O Módulo de Resistência à flexão foi calculado pela fórmula abaixo:

$$MRF = \frac{3F \times L}{2b \times e \text{in}^2}$$

Onde:

F = Força (N);

L = comprimento do cp. (200 mm);

b = largura do cp. (60 mm);

e = espessura do cp. = (variável = em torno de 7 mm).

Os procedimentos adotados estão de acordo com o descrito nas normas técnicas NBR 13817 (ABNT, 1997) e NBR ISO 10545-4 (ABNT, 2020)

A Figura 22 demonstra como foi realizado o ensaio de resistência à flexão para obtenção da força (F) resistência à flexão e posteriormente possibilitar o cálculo do MRF.

Figura 22 - Determinação do módulo de resistência à flexão após a queima



Fonte: (própria; 2019)

3.2.1.5 Análise estatística dos dados

3.2.1.5.1 Análise de dados espúrios (Outliers)

Para detectar outliers em uma amostra de comportamento normal e eliminar dados espúrios (outliers) de maneira racional adotou-se o critério de Peirce.

O critério segue o princípio de que as observações devem ser rejeitadas no momento em que os desvios reais da média, obtidos por mantê-los, é menor do que os desvios obtidos por sua rejeição, multiplicando pela probabilidade de fazer tantas e não mais, observações normais.

3.2.1.5.2 Teste de hipóteses

Testes de hipóteses correspondem a procedimentos estatísticos que se baseiam na análise de uma amostra a partir da teoria de probabilidades e que buscam avaliar parâmetros desconhecidos de uma população. Assim, são formuladas duas hipóteses:

- Hipótese nula (H_0): hipótese que representa a ausência do efeito que se deseja verificar;
- Hipótese alternativa (H_1): hipótese que o investigador deseja verificar (efeito do tratamento).

Neste trabalho o teste de hipóteses foi efetivado através da análise do p-valor da Anova.

A verificação da existência de diferenças reais entre os tratamentos, composições e métodos adotados neste trabalho foi feita mediante a Análise da Variância (ANOVA), que é o processo de decomposição da variação total nas componentes explicadas e não explicadas ou residuais. Esta decomposição segue a disposição apresentada na Tabela 15.

Tabela 15 - Análise de Variância

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrados Médios	Função F de Snedecor
Explicada	$\sum(Y_{est} - Y_{me})$	k	$\frac{\sum(Y_{est} - Y_{me})}{k}$	
Não Explicada	$\sum(Y - Y_{est})^2$	$(n - k - 1)$	$\frac{\sum(Y - Y_{est})^2}{n - k - 1}$	$\frac{\sum(Y_{est} - Y_{me})}{k}$
Total	$\sum(Y - Y_{med})^2$	$(n - 1)$		

Fonte: (própria; 2022)

3.2.1.5.3 P-Valor

O Valor-p é a probabilidade de se obter uma estatística do teste (por exemplo o valor da função F da Anova) que seja igual ou mais extrema que a estatística encontrada na amostra observada, sob a suposição de que a hipótese nula é verdadeira. Então:

- Se o valor-p é menor que o nível de significância α , rejeita-se a hipótese nula (H_0);
- Se o valor-p é maior que o nível de significância α , não rejeita-se a hipótese nula (H_0).

3.2.1.5.4 Delineamento experimental

Para a verificação da influência da temperatura de queima sobre as propriedades físicas e mecânicas das composições, utilizou-se uma análise multivariada. Para tanto foi efetuado em delineamento experimental Fatorial

Fracionado tipo 2^{k-1} (dois fatores, temperatura de queima e composição das misturas), aplicados a uma Superfície de Resposta (SHIMURA, 2016), de acordo com o *lay-out* apresentado na Tabela 16.

Tabela 16 - Lay-out do delineamento para análise multivariada

Composições	Comp. 1 a 6					Comp. 1 a 6
		Comp. 7 a 12			Comp. 7 a 12	
			Comp. 13 a 18	Comp. 13 a 18		
		Comp. 19 a 24			Comp. 19 a 24	
	Comp. 25 a 30					Comp. 25 a 28
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
	Temperaturas de Queima					

Fonte: (própria; 2022)

Neste trabalho, para determinação da Análise de Variância foi utilizado o software *Statgraphics® Centurion XVI*.

Uma vez que as variâncias apresentem diferenças significativas é importante determinar quais grupos de médias, em particular, são importantes. Para tal análise utilizou-se, neste trabalho, o procedimento denominado *Multiple Range Test*, através do teste de Tukey-Kramer, mediante o uso do mesmo software.

A determinação dos modelos estatísticos foi obtida através de Análise Multivariada, tipo regressão múltipla, considerando o maior coeficiente de determinação (R^2) encontrado. Para essas determinações foi utilizado o software *Infer32*.

3.2.1.5.5 Difractometria de Raios-X (XRD)

Os Raios-X são ondas eletromagnéticas de comprimento de onda compreendido a região de 0.1 - 10 Å, propícios para sondar a estrutura do material à nível de distâncias interatômicas.

A técnica da difração de Raios-X (XRD) é bastante poderosa quando aplicada como ferramenta de análise qualitativa da estrutura dos filmes crescidos em multicamadas e tem sido amplamente utilizada para a determinação de fases cristalinas em materiais cerâmicos (ALBERS, 2002).

Esta técnica determina as fases cristalinas em que se encontram os elementos químicos mostrados na composição química. O dispositivo capta os raios difratados nos cristais e gera o difratograma que é uma retratação da rede cristalina presente na amostra.

As amostras a serem analisadas serão secas, colocadas em um molde metálico e levado ao equipamento para ser feita a leitura.

Alguns cps, escolhidos com base no maior teor de IOT da composição 30 (trinta) e na última mistura realizada sem IOT, composição 9 (nove) foram analisados através desta técnica no Laboratório de Mineralogia da UFPR (LAMIR).

O equipamento utilizado é da marca PANalytical, modelo EMPYREAN XCELERATOR (30mA e 40kV) com radiação α do Cu com $\lambda=1,54060$ Å. Os ângulos de 2θ serão varridos de 3 a 70°.

3.2.1.5.6 MEV e EDS

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica muito utilizada para a caracterização de materiais, pois garante a visualização do material em detalhes na microestrutura com uma ampliação de até 300.000 vezes. Os materiais foram secos em estufa a $110\pm 5^\circ\text{C}$ por 24h e metalizados a vácuo com uma camada de ouro antes de serem analisadas as características morfológicas e químicas das amostras.

O sistema EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) está acoplado ao MEV. Esta técnica possibilita a determinação da composição qualitativa e semiquantitativa das amostras, a partir da emissão de Raios-X característicos. O limite de detecção é

da ordem de 1%, mas pode variar de acordo com as especificações utilizadas durante a análise, como o tempo de contagem (DUARTE 2003).

3.2.1.5.7 Lixiviação

De acordo com a NBR 10.005 (ABNT, 2004) procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos, lixiviação é o processo para determinação da capacidade de transferência de substâncias orgânicas e inorgânicas presentes no resíduo sólido, por meio de dissolução no meio extrator.

O procedimento iniciou com a pesagem de aproximadamente 100 gramas de amostra das composições 9 e 30 sinterizadas nas temperaturas 950, 1150 e 1200 °C. em balança analítica, precisão decigrama conforme demonstrado na Figura 23.

As amostras foram moídas (Figura 24) em moinho pulverizador de panela da AMEF CLP (controlador lógico programável) com granulometria de 400 mesh (0,037mm) e encaminhadas ao laboratório multiusuário de análises químicas (LAMAQ) da UTFPR-Ecoville, onde foram submetidas aos procedimentos citados. Para obtenção do lixiviado, cada metal encontrado é classificado conforme prevê a NBR 10004 (ABNT, 2004) - Classificação de Resíduos Sólidos.

Figura 23 - Amostras para ensaio de lixiviação



Fonte: (própria; 2019)

Figura 24- Composições moídas para ensaio de lixiviação



Fonte: (própria; 2019)

4 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados e discutidos todos os resultados obtidos nos ensaios de caracterização física, mecânica, difratométrica, morfologia e de lixiviação das placas cerâmicas produzidas e sinterizadas nas diversas temperaturas.

4.1 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS À 950 °C

Tabela 17- Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados à 950°

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	3,68 BA	10,38	28,93 A	0,45	1,42 GFE	1,73	1,65 EDCBA	11,33
2	2,69 ED	9,40	28,2 DCBA	1,10	1,44 GFED	1,33	1,76 DCBA	20,73
3	2,41 IHGFE	15,69	27,62 GFEDC	2,76	1,42 GFED	0,96	1,64 EDCBA	21,99
4	2,17 IHG	11,56	27,17 HGFED	1,74	1,46 FED	0,22	1,57 GFEDCBA	12,01
5	2,14 IHG	2,88	26,83 IHGFE	0,65	1,48 FEDC	1,46	1,26 JIHGFE	21,86
6	1,60 LKJ	7,18	26,06 JI	0,75	1,46 FED	2,93	1,23 JIHGFE	10,38
7	2,76 ED	3,42	28,37 DCBA	0,72	1,44 GFED	4,55	1,79 DCBA	6,77
8	2,46 HGFE	2,72	28,49 CBA	1,13	1,46 FED	2,49	1,68 EDCBA	19,25
9	3,97 A	1,62	27,77 FEDC	0,86	1,73 B	2,03	1,81 CBA	21,10
10	3,33 CB	5,07	26,68 IHGF	1,91	1,85 A	1,10	1,86 BA	18,76
11	2,95 DC	1,66	25,13 J	0,98	1,84 A	0,50	1,95 A	3,97
12	1,01 O	6,13	25,3 J	0,55	1,55 C	2,80	0,91 J	12,92
13	2,64 FED	6,76	28,51 CBA	1,57	1,44 GFED	0,64	1,58 FEDCBA	8,42
14	1,94 KJI	2,04	27,92 EDCBA	0,44	1,5 DC	0,79	1,42 IHGFEDCB	1,75
15	1,51 NMLK	1,88	27,52 GFED	1,59	1,45 FED	0,44	1,3 JIHGFEDC	6,66
16	1,65 LKJ	4,20	27,7 FEDC	2,09	1,49 EDC	1,68	0,9 J	13,01
17	1,35 ONML	16,38	26,44 IH	1,66	1,47 FED	2,85	1,02 JIH	15,41
18	1,11 ONM	11,81	25,86 JI	1,71	1,49 EDC	2,43	0,81 J	29,52
19	2,59 GFED	14,06	28,81 BA	0,88	1,46 FED	0,91	1,44 IHGFEDCBA	5,64
20	2,06 JIH	5,04	27,83 FEDC	0,78	1,48 FEDC	1,94	1,28 JIHGFEDC	12,12
21	1,57 MLK	8,60	28,21 DCBA	1,24	1,45 FED	1,31	1,03 JIH	11,12
22	1,33 ONML	6,51	27,79 FEDC	1,11	1,44 GFED	0,59	0,85 J	15,20
Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	

	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
23	1,11 ON	19,16	26,63 IHG	1,35	1,46 FED	1,08	0,95 JI	7,66
24	0,9 PO	12,38	25,26 J	1,21	1,49 EDC	0,95	0,94 JI	5,78
25	2,19 IHGF	1,30	27,98 EDCBA	1,11	1,42 GFED	2,39	1,46 HGFEDCBA	8,94
26	1,30 ONML	12,70	28,31 DCBA	1,02	1,42 GFED	2,39	1,1 JIHG	8,36
27	1,38 ONML	5,16	27,77 FEDC	0,73	1,41 GF	1,62	1,14 JIHGF	7,20
28	0,54 P	11,32	27,13 HGFED	0,55	1,46 FED	3,38	1,27 JIHGFED	8,54
29	0,00 Q	-	27,16 HGFED	2,45	1,41 GF	2,84	1 JIH	8,31
30	-0,63 R	4,76	27,04 HGFED	2,66	1,36 G	1,81	0,82 J	18,41

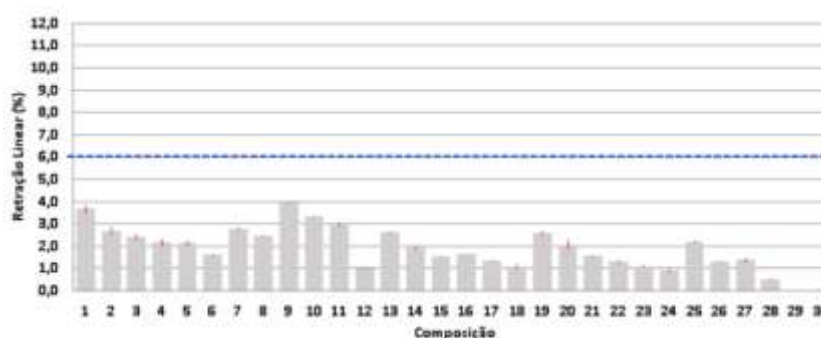
Letras diferentes, nas colunas, denotam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2020)

4.1.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

Os valores estão relativamente baixos em comparação ao valor máximo estabelecido pela bibliografia que é de 6% (seis por cento). Percebe-se que à medida que cresce o teor de IOT, diminui a retração linear, sendo que sem adição de IOT o maior valor foi de 3,68%. Com adição de IOT, o maior valor foi de 3,97%, mas a partir desse ponto a retração linear diminui, chegando ao valor zero na composição 29 e (-0,63) na composição 30 com adição de 25% de IOT.

Figura 25 - Retração linear (%) a 950 °C



Limite máximo recomendado 6%

Fonte: (própria; 2022)

Como pode ser observado na Tabela 18, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05 (5%), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%,

podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 18 - Anova - temperatura de queima 950°C - Retração linear

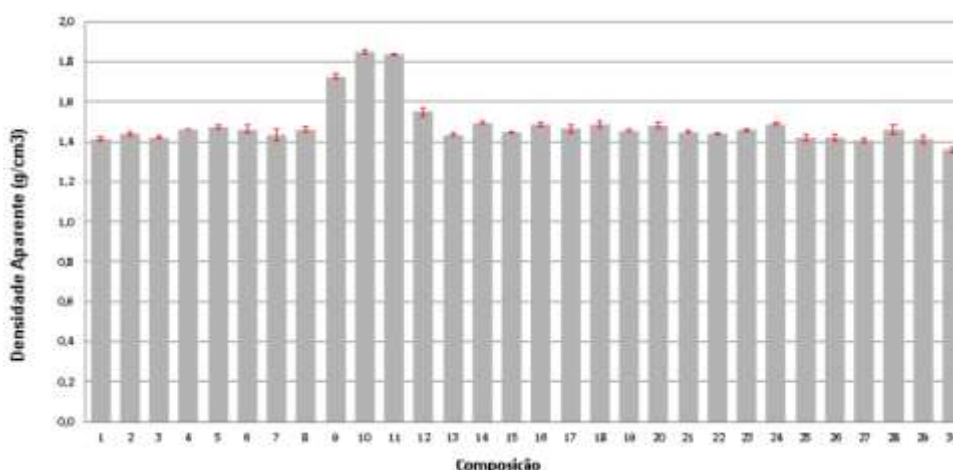
Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	135,717	29	4,67989	145,68	0,0000
Não Explicada	3,43731	107	0,0321244		
Total	139,154	136			

Fonte: (própria; 2022)

4.1.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm^3)

Aparentemente os valores estão relativamente homogêneos, ou seja, não existe diferenças significativas entre as 30 composições, porém o maior valor foi de $1,85\text{g}/\text{cm}^3$ na composição 10 com 10% de IOT e o menor valor foi de $1,36\text{ g}/\text{cm}^3$ na composição 30 com 25% de IOT. As normas não estabelecem limites para a densidade aparente das placas cerâmicas.

Figura 26 - Densidade Aparente (g/m^3) a 950 °C



Fonte: (própria; 2022)

Como pode ser observado na Tabela 19, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as

diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 19 - Anova - temperatura de queima 950 °C - densidade aparente

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	1,61311	29	0,0556244	59,74	0,0000
Não Explicada	0,0996217	107	0,000931044		
Total	1,71273	136			

Fonte: (própria; 2022)

4.1.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Em relação à absorção de água também não existem diferenças significativas nessa temperatura, sendo que o maior valor foi de 28,93% na composição 1 com zero % de IOT e o menor valor foi de 25,13% na composição 11 com 10% de IOT. Em todas as placas o teor de absorção é maior que 10%.

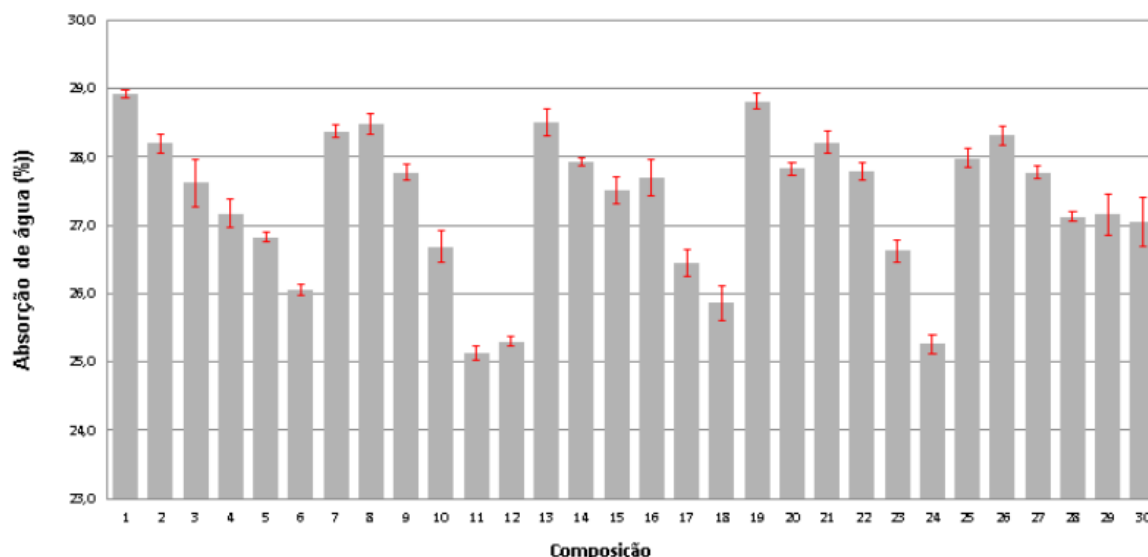
Como pode ser observado na Tabela 20, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05 (5%), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 20 - Anova - Absorção de água (%) a 950 °C

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	155,99	29	5,37898	35,41	0,0000
Não Explicada	17,4699	115	0,151913		
Total	173,46	144			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 27- Absorção de água (%) a 950 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.1.4 Características Mecânicas: resistência à flexão (MPa)

Os valores da resistência mecânica nessa temperatura são baixos, sendo que o maior valor foi de 1,76 na composição 2 com zero% de IOT e o menor valor foi de 0,81 na composição 18 com 15% de IOT. Nenhuma placa atingiu o MRF de 12 MPa previsto pelas normas brasileiras já citadas.

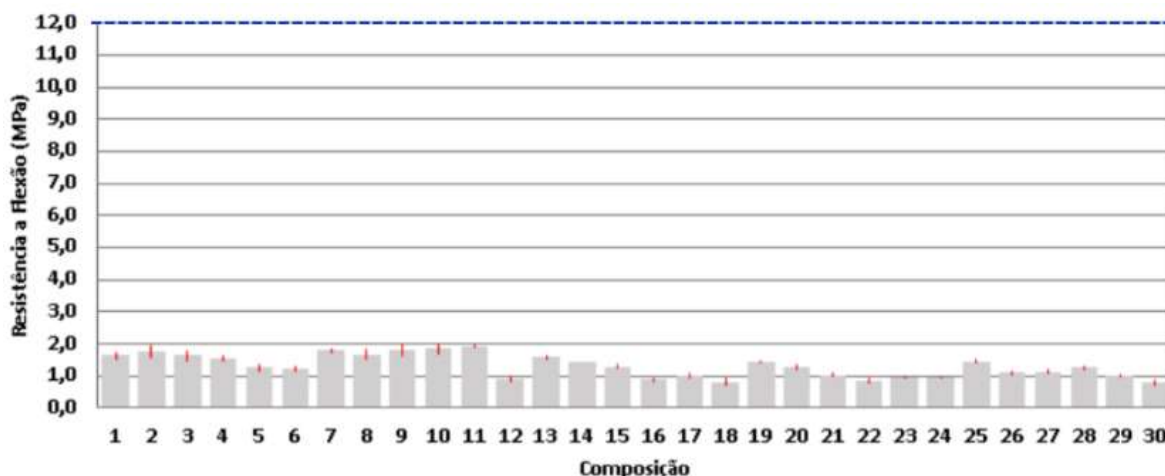
Como pode ser observado na Tabela 21, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05 (5%), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 21 - Anova - Resistência a flexão (%) a 950 °C

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	22,4506	29	0,774158	11,22	0,0000
Não Explicada	7,3138	106	0,0689981		
Total	29,7644	135			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 28 - Resistência à flexão (MPa) a 950 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.2 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1000 °C

As variações físicas e mecânicas ocorridas nas composições após a sinterização à 1000 °C certamente serão diferenciadas daquelas ocorridas em temperatura de 950°C e isso poderá ser observado nas apresentações a seguir tendo como base a Tabela 22, onde podem ser vistos as propriedades, os valores e a força de cada composição.

Tabela 22 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados à 1000°

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	4,17 A	0,98	28,55 FEDCBA	3,79	1,47 EDC	0,98	2,77 A	5,71
2	4,15 A	1,62	27,63 GFEDCB	0,25	1,48 EDC	1,62	2,70 BA	14,84
3	3,47 CB	1,26	27,60 GFEDCB	0,42	1,47 EDC	1,26	2,33 DCBA	19,13
4	2,71 GFED	4,51	27,30 IHGFE	5,04	1,49 DC	4,51	1,95 HGFEDC	5,67
5	2,37 JIHGF	1,45	26,14 KJI	1,71	1,50 CB	1,45	1,60 JIHGFE	11,85
6	1,96 MKLJ	3,74	26,22 KJIH	0,86	1,48 EDC	3,74	1,38 JIHG	16,88
7	3,85 BA	0,65	27,64 GFEDCB	0,66	1,50 CB	0,65	2,07 FEDCBA	12,90
8	3,09 DC	5,39	27,52 GFEDC	0,68	1,47 EDC	5,39	1,79 JIHGFED	20,34
9	2,78 FED	2,03	26,68 JIHG	1,18	1,49 DC	2,03	1,83 JIHGFEDC	15,08

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
10	2,36 JIHGF	4,55	26,11 KJI	2,55	1,50 DCB	4,55	1,47 JIHGF	23,39
11	1,72 NML	2,15	24,85 LK	0,05	1,54 BA	2,15	1,55 JIHGFE	12,17
12	1,39 ON	4,74	24,63 L	0,68	1,55 A	4,74	1,29 JI	10,62
13	3,13 DC	3,06	27,64 GFEDCB	0,90	1,5 CB	3,06	2,09 FEDCBA	6,46
14	2,31 KJIHG	9,94	27,40 IHGFE	1,21	1,50 CB	9,94	2,03 GFEDCB	7,60
15	2,08 LKJI	11,97	26,85 IHG	1,36	1,50 CB	11,97	1,48 JIHGFE	3,13
16	2,29 KJIHG	1,91	28,73 DCBA	3,87	1,49 DC	1,91	1,47 JIHGF	20,30
17	1,8 NMLK	11,20	27,47 IHGFEDC	1,42	1,4525FED	11,20	1,37 JIHG	15,40
18	1,32 ON	8,52	26,28 KJIHG	0,76	1,50 DCB	8,52	1,53 JIHGFE	8,29
19	2,97 ED	12,98	29,28 A	0,65	1,48 EDC	12,98	1,93 HGFEDC	14,75
20	2,9 ED	7,90	27,57 GFEDCB	0,30	1,51CBA	7,90	1,97 HGFEDC	2,37
21	2,51 IHGFE	4,93	28,74 CBA	2,44	1,48 EDC	4,93	1,79 JIHGFED	13,78
22	2,18 LKJIH	10,77	27,19 IHGF	1,49	1,49 DC	10,77	1,98 HGFEDC	11,85
23	1,5 ONM	1,39	27,52 GFEDC	1,82	1,50 DCB	1,39	1,45 JIHGF	9,84
24	1,52 ONM	11,59	25,40 LKJ	2,13	1,51 CBA	11,59	1,59 JIHGFE	26,73
25	2,61 HGFE	14,91	27,37 IHGFEDC	0,34	1,49 DC	14,91	2,19EDCBA	14,74
26	2,74 GFED	3,70	27,44 HGFED	0,45	1,51 CBA	3,70	2,054 FEDCB	21,53
27	2,11 LKJI	11,67	26,89 IHG	0,71	1,5 CB	11,67	2,29DCBA	9,39
28	1,12 O	32,46	26,74 IHG	1,20	1,47 EDC	32,46	2,44 CBA	12,55
29	0,24 P	105,45	28,60 EDCBA	2,38	1,44 FE	105,45	1,33 JIH	16,26
30	-0,29 Q	- 35,10	28,94 BA	2,03	1,41 F	-35,10	1,22 J	26,66

Letras diferentes, nas colunas, denotam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2022)

4.2.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

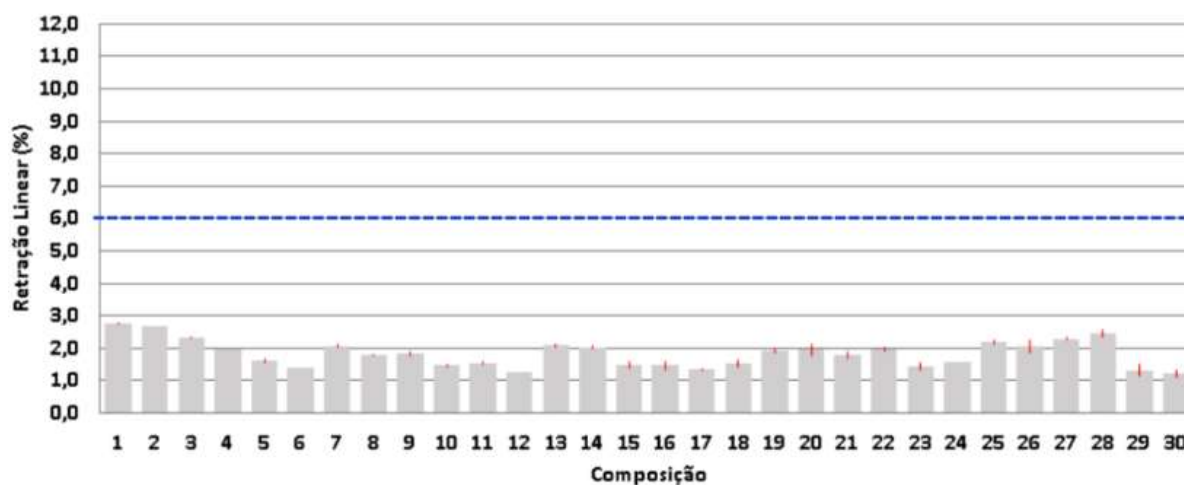
Como pode ser observado na Tabela 23, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05 (5%), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 23 - Anova - temperatura de queima 1000°C - Retração linear

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	134,592	29	4,64109	129,28	0,0000
Não Explicada	3,8413	107	0,0359		
Total	138,433	136			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 29 - Retração linear (%) a 1000 °C



Limite máximo recomendado 6%

Fonte: (própria; 2022)

4.2.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm^3)

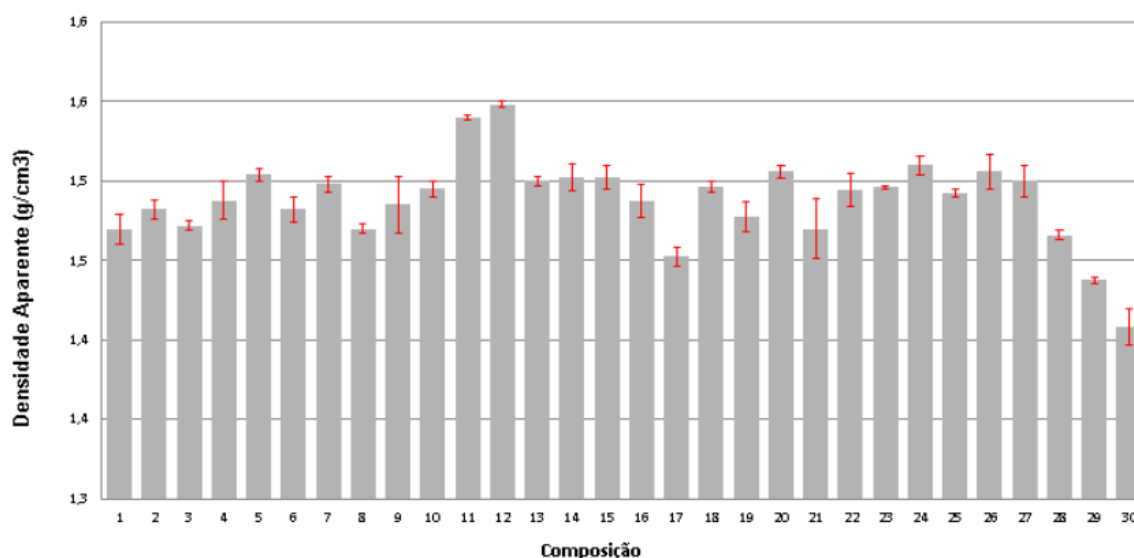
Aparentemente os valores estão relativamente homogêneos, ou seja não existe diferenças significativas entre as 30 composições, porém o maior valor foi de $1,55\text{g/cm}^3$ na composição 12 com 10% de IOT e o menor valor foi de $1,41\text{ g/cm}^3$ na composição 30 com 25% de IOT.

Como pode ser observado na Tabela 24, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 24 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Densidade aparente (g/cm³)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	0,0965821	29	0,00333042	11,06	0,0000
Não Explicada	0,033135	110	0,000301227		
Total	0,129717	139			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 30 - Densidade aparente (g/cm³) a 1000 °C

Fonte: própria (2022)

4.2.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Em relação à absorção de água também não existem diferenças significativas nessa temperatura, sendo que o maior valor foi de 29,28 na composição 19 com 20 % de IOT e o menor valor foi de 24,63 na composição 12 com 10% de IOT.

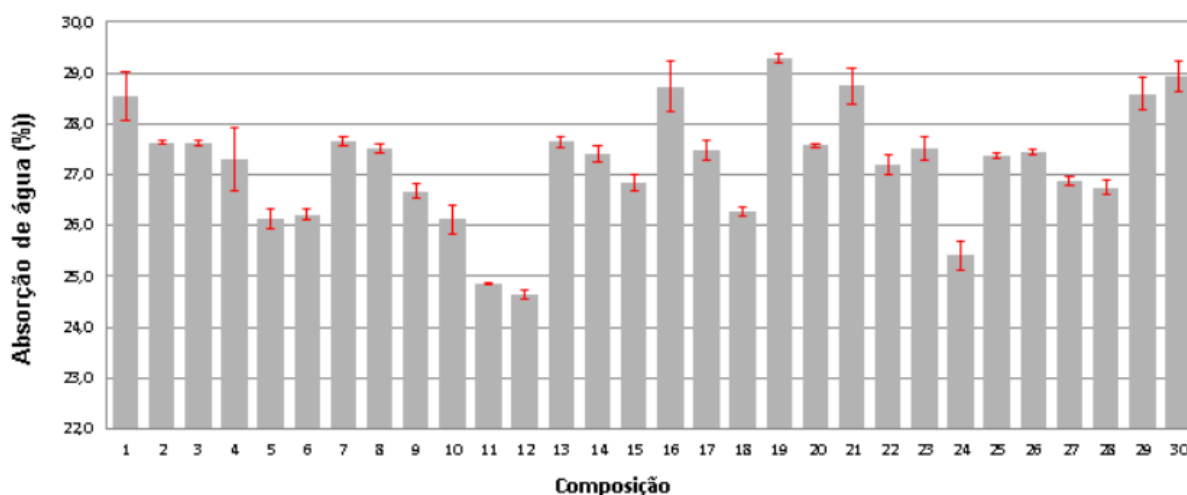
Como pode ser observado na Tabela 25, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 25 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Absorção de água (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	175,194	29	6,04117	21,31	0,0000
Não Explicada	31,1895	110	0,283541		
Total	206,383	139			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 31 - Absorção de água (%) a 1000 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.2.4 Características Mecânicas: Resistência à Flexão (MPa)

Houve um pequeno aumento nos valores da resistência mecânica nessa temperatura, porém continuam baixos, sendo que o maior valor foi de 2,77 na composição 1 com zero% de IOT e o menor valor foi de 1,22 na composição 30 com 25% de IOT.

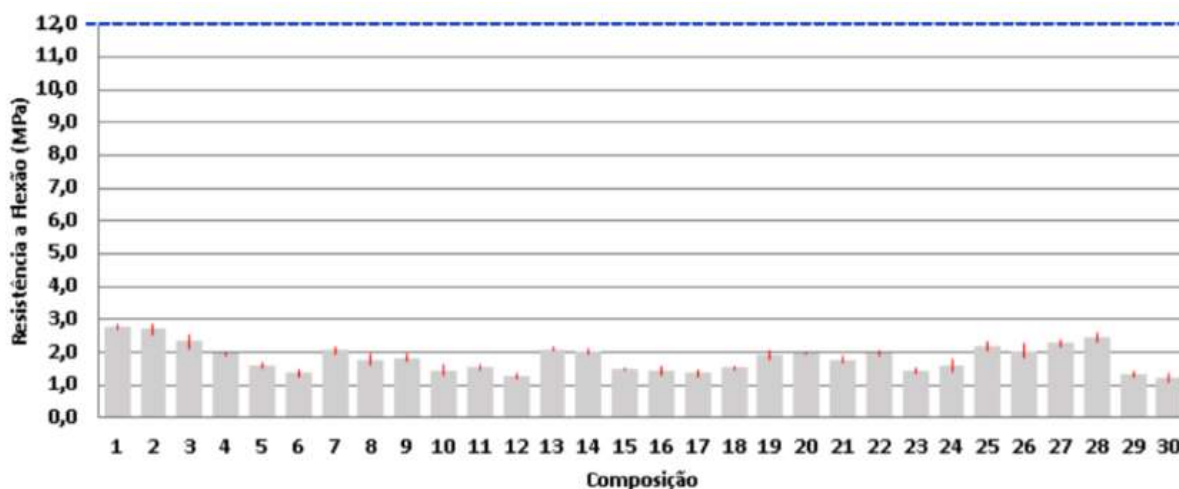
Como pode ser observado na Tabela 26, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 26 - Anova - temperatura de queima 1000°C – Resistência à flexão MPa)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	22,4506	29	0,774158	11,22	0,0000
Não Explicada	7,3138	106	0,0689981		
Total	29,7644	135			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 32 - Resistência à flexão (MPa) a 1000 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.3 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1050 °C

Placas cerâmicas de diversas composições foram sinterizadas nas temperaturas 950, 1000, 1050, 1100, 1150 e 1200 °C e foram investigadas quatro características fundamentais para a classificação das mesmas segundo a NBR 13817/97 e NBR ISO 10545-3/20 (ABNT), sendo que na temperatura de 1050 °C, os valores das propriedades e/ou características são apresentados na Tabela 27.

Tabela 27- Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados à 1050 °C

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	4,62 CBA	0,72	28,49 A	1,30	1,51GFEDCBA	2,71	3,23 FEDCBA	15,63
2	4,21 C	2,40	27,50 CBA	1,90	1,45 IHGFE	4,22	3,03 GFEDCBA	22,19
3	3,49 GFE	2,51	27,96 BA	0,92	1,46 IHGFED	2,02	2,19 IHGF	22,87
4	3,09 HG	3,07	27,20 DCB	1,18	1,52GFEDCBA	1,51	2,50 IHGFEDC	7,99
5	2,54 LKJI	3,70	27,43 DCB	0,84	1,47 IHGFEDC	3,74	2,02 IHG	13,59
6	2,2 L	5,22	26,75 EDC	1,68	1,49 IHGFEDCB	0,93	1,71 I	22,05
7	4,16 DC	3,31	27,38 DCB	0,59	1,48 IHGFEDC	1,37	3,30 EDCBA	12,58
8	3,64 FED	2,86	27,86 BA	0,70	1,43 IHG	2,24	2,60 IHGFEDC	26,52
9	3,28 HGF	1,28	27,46 CB	1,53	1,44 IHG	1,21	1,89 IH	21,32
10	2,77 KJIH	2,83	26,47 FEDC	0,96	1,54 DCBA	2,17	2,45 IHGFED	30,08
11	2,5 LKJ	6,15	25,05 IHG	3,11	1,56 CBA	2,96	2,4 IHGFED	13,02
12	2,045 L	0,41	24,63 KJIH	1,77	1,57 BA	2,44	2,09 IHG	11,15
13	4,76 BA	2,45	25,72HGFE	0,68	1,54 EDCBA	0,67	3,61 CBA	8,03
14	3,12 HGF	5,63	25,94 GFE	1,40	1,56 CBA	0,75	2,83 IHGFEDCBA	2,69
15	3,28 HGF	2,07	25,63 HGF	1,65	1,54 EDCBA	0,78	2,68 IHGFEDC	13,93
16	3,445 GF	3,69	24,89 JIH	2,00	1,55 CBA	2,77	2,56 IHGFEDC	8,34
17	3,03 HG	5,46	24,28 KJI	0,93	1,53 FEDCBA	1,32	2,36 IHGFED	10,18
18	3,01 IHG	3,21	23,10 ML	1,33	1,55 CBA	3,46	2,48 IHGFED	20,49
19	5,06 A	6,47	24,05 LKJI	2,09	1,53 FEDCBA	2,06	3,81 BA	12,41
20	4,94 A	2,61	23,06 ML	1,13	1,59 A	2,05	3,94 A	2,22
21	4,31 CB	5,65	23,53 MLK	0,15	1,52 GFEDCBA	1,40	3,44 DCBA	7,92
22	3,32 GF	13,78	23,69 LK	3,74	1,51 IHGFEDCBA	1,03	2,77 IHGFEDCB	27,17
23	3,00 IHG	11,10	23,10 ML	0,68	1,51 GFEDCBA	0,80	2,31 IHGFED	4,38
24	2,25 LK	9,23	22,43 M	1,02	1,51 GFEDCBA	3,09	2,12 IHGF	9,88
25	4,04 EDC	6,34	23,25 ML	1,71	1,54 DCBA	3,58	3,82 BA	24,00
26	3,412 GF	7,98	23,99 LKJI	0,73	1,52 GFEDCBA	3,44	3,12 GFEDCBA	2,03
27	3,26 HGF	12,15	23,75 LK	1,00	1,50 HGFEDCBA	1,23	2,79 IHGFEDCBA	6,99
28	2,4 LK	7,90	23,93 LKJ	2,08	1,54 EDCBA	1,93	3,12 GFEDCBA	5,32
29	0,89 M	13,35	26,36 FED	2,51	1,42 IH	0,35	1,84 IH	13,86
30	0,49 M	5,84	26,63 FEDC	1,49	1,41 I	1,52	2,33 IHGFED	10,02

Letras diferentes, nas colunas, denotam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2022)

4.3.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

Observando os valores apresentados na Tabela 27, verifica-se que os valores da retração linear (retratibilidade) variaram de 4,94 à 0,49%, sendo que o maior valor foi encontrado na composição 20 com 20% de IOT. Na composição 30 o valor foi bem baixo (0,49%) com 25% de IOT.

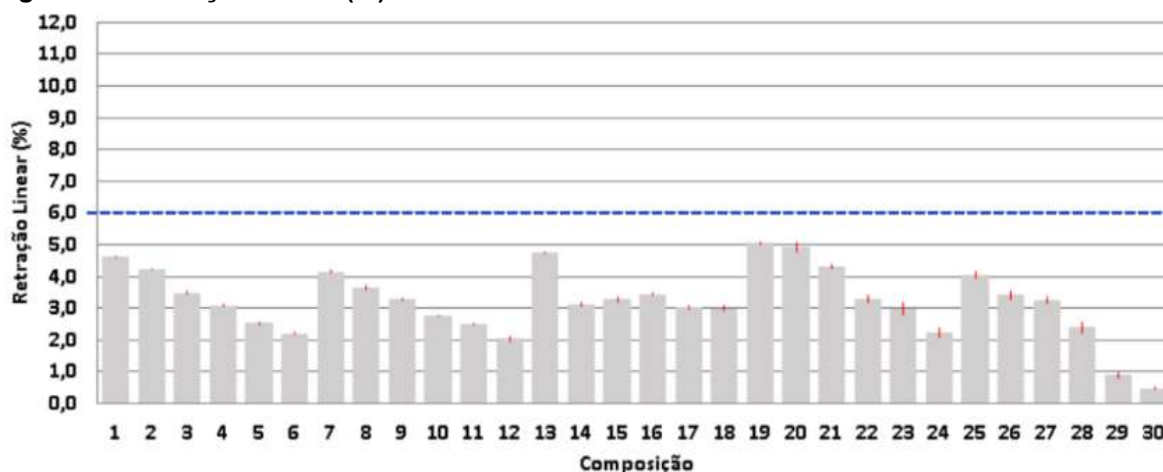
Como pode ser observado na Tabela 28, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 28 - Anova - temperatura de queima 1050°C – Retração Linear (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	143,363	29	4,94354	122,46	0,0000
Não Explicada	4,27903	106	0,0403682		
Total	147,642	135			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 33 - Retração Linear (%) a 1050 °C



Limite máximo recomendado 6%

Fonte: (própria; 2022)

4.3.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm^3)

Os valores continuam relativamente homogêneos, ou seja não existe diferenças significativas entre as 30 composições, sendo que os maiores valores foram de 1,59 na composições 20, com 20% de IOT e o menor valor foi de 1,41 na composição 30 com 25% de IOT.

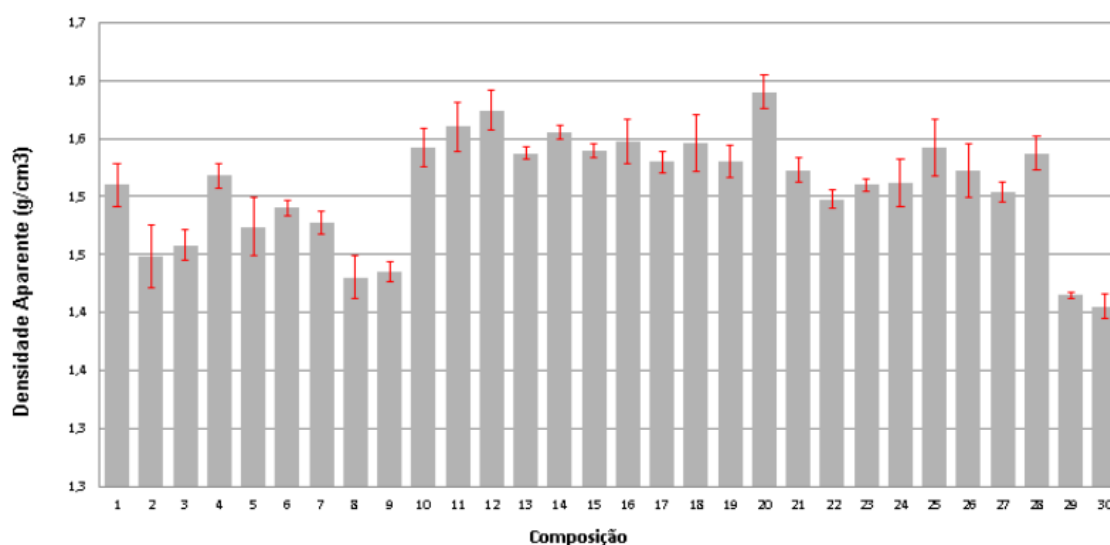
Como pode ser observado na Tabela 29, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 29 - Anova - temperatura de queima 1050°C - Densidade Aparente (g/cm^3)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	0,279086	29	0,00962365	7,53	0,0000
Não Explicada	0,13549	106	0,00127821		
Total	0,414576	135			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 34 - Densidade Aparente (g/cm^3) a 1050 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.3.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Em relação à absorção de água também não existem diferenças significativas nessa temperatura, sendo que o maior valor foi de 28,49 na composição 1 com zero % de IOT e o menor valor foi de 23,06 na composição 20 com 20% de IOT.

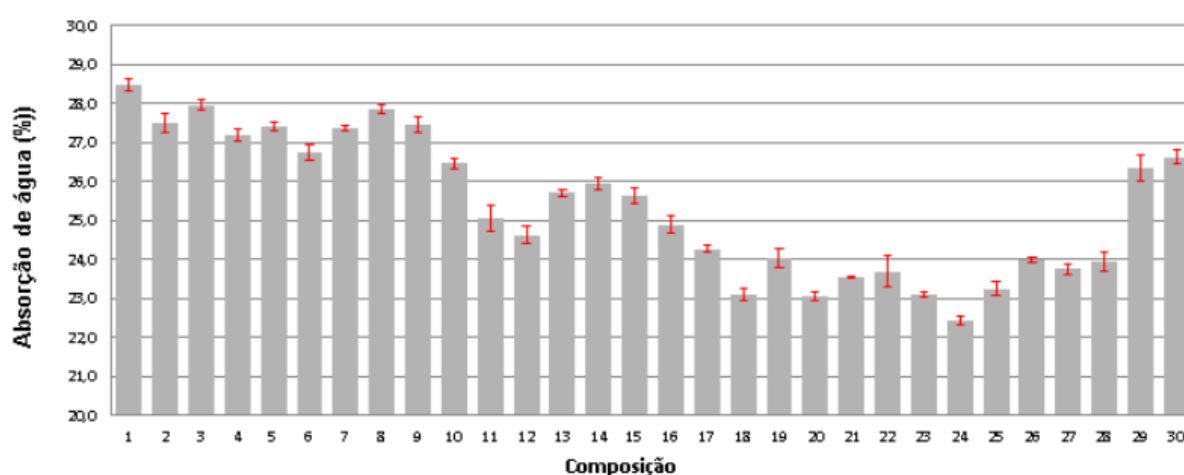
Como pode ser observado na Tabela 30, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 30 - Anova - temperatura de queima 1050°C - Absorção de Água (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	415,457	29	14,3261	82,16	0,0000
Não Explicada	17,9604	103	0,174373		
Total	433,417	132			

Fonte própria (2022)

Figura 35 - Absorção de Água (%) a 1050 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.3.4 Características Mecânicas: Resistência à Flexão (MPa)

Continuou havendo um crescimento, embora pequeno nos valores do módulo de resistência à flexão nessa temperatura, porém continuam baixos, sendo que o maior valor foi de 3,94 na composição 20 com 20% de IOT e o menor valor foi de 1,71 na composição 6 com zero % de IOT.

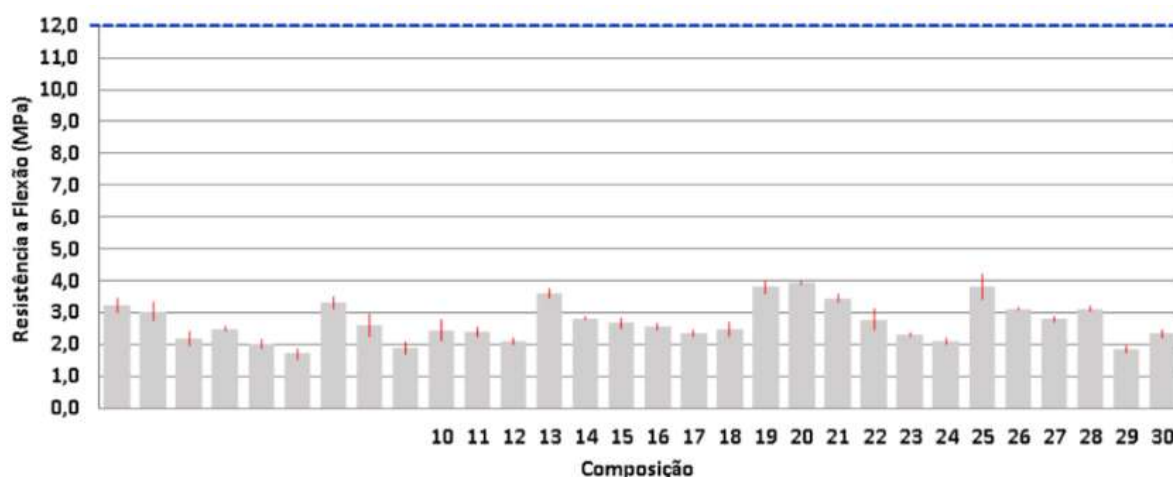
Como pode ser observado na Tabela 31, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 31 - Anova - temperatura de queima 1050°C – Resistência à Flexão (MPa)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	51,8957	29	1,78951	9,45	0,0000
Não Explicada	20,2534	107	0,189284		
Total	72,1491	136			

Fonte própria (2022)

Figura 36 - Resistência à Flexão (MPa) à 1050 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.4 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS SINTERIZADAS A 1100 °C

Os valores das propriedades/características são apresentados na Tabela 32.

Tabela 32 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados à 1100°C

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	6,0 DCB	4,91	25,62BA	0,46	1,56 JIHFED	0,52	4,92 FEDCBA	22,06
2	5,0 HG	2,49	25,60 BA	0,46	1,59HFEDCB	1,61	3,78 KJIHGFE	5,37
3	4,37 KJI	0,70	25,74 A	1,52	1,54 JIH	0,34	3,11 KJIH	6,19
4	4,1 LKJ	2,85	24,99 BA	1,40	1,58 IHFEDC	0,43	2,81 KJ	18,80
5	3,84 MLK	5,20	24,67 CB	0,92	1,54 JIH	2,26	2,62 KJ	1,92
6	3,26 ON	2,75	24,72 CBA	1,97	1,54 JIH	2,26	2,51 K	15,55
7	6,08 DCB	1,18	23,55 D	1,50	1,63 DCBA	2,26	4,14HGFED	36,20
8	5,54 FED	3,95	23,75 DC	0,67	1,58 IHFEDC	1,02	4,99 EDCBA	15,11
9	4,1 HG	3,79	23,25 ED	0,67	1,55 JIHFE	1,51	4,12IHGFEDC	4,29
10	4,37 JI	1,11	23,07 ED	0,44	1,58IHGFEDC	1,83	2,76 KJI	4,29
11	3,9 MLKJ	1,04	22,31 GFE	1,12	1,69 A	0,98	3,24 KJIH	5,58
12	3,37 ONM	0,74	21,43 KJIHG	1,16	1,62 FEDCB	1,90	2,90 KJI	12,04
13	6,47 BA	2,29	21,84 HGF	0,39	1,66 CBA	2,29	5,98 A	2,98
14	5,34 GFE	5,63	22,25 GFE	1,01	1,69 A	1,52	5,42 DCBA	2,98
15	5,04 HGF	2,21	21,67 JIHG	2,82	1,60HFEDCB	2,51	4,83GFEDCBA	1,41
16	5,10 HGFE	4,29	20,50 NMLK	2,77	1,61 FEDCB	1,37	3,82 JIHGFE	11,22
17	4,78 IH	3,07	20,01 NML	2,21	1,60HFEDCB	0,69	4,34HGFEDCB	8,76
18	3,87 MLKJ	1,08	20,89 LKJIH	1,03	1,63 EDCBA	0,60	3,29 KJIH	3,12
19	6,88 A	2,19	19,53 N	0,54	1,67 BA	0,68	5,70 BA	3,66
20	6,3 CB	2,17	20,64 NMLKJI	1,12	1,66 CBA	0,40	5,44 CBA	3,07
21	5,56 FED	9,96	20,87 LKJIH	0,28	1,65 CBA	1,69	4,80 FEDCBA	7,03
22	4,98 HG	1,37	20,61 MLKJI	2,54	1,61GFEDCB	0,59	4,15 HGFEDC	7,88
23	3,74 NML	3,56	19,65 NM	2,95	1,58 IHFEDC	1,16	3,38 KJIH	17,10
24	3,13 O	7,10	19,98 NML	2,25	1,6 HFEDCB	2,20	2,78 KJI	14,41
25	5,58 ED	6,42	20,71 MLKJIH	1,59	1,62FEDCBA	0,31	4,76GFEDCBA	10,13
26	5,9 DC	5,10	21,35 KJIHG	0,58	1,66 CBA	0,16	4,79GFEDCBA	4,33
27	4,36 KJI	5,34	21,71 IHG	0,81	1,59HFEDCB	1,72	3,76 JIHGF	7,53
28	2,95 O	6,55	21,71 IHG	4,98	1,56 JIHFED	0,94	3,55 KJIHG	16,31
29	2,024P	12,99	22,90 FED	1,03	1,49 J	0,53	3,29 KJIH	13,14
30	2,04 P	2,22	21,39 KJIHG	1,83	1,52 JI	0,37	3,93 JIHGFED	3,11

Fonte: (própria; 2022)

4.4.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

Na Figura 37 os valores da retração linear variaram de 6,88 à 2,02 %, sendo que o maior valor foi encontrado na composição 19 com 20% de IOT. Na composição 29 o valor foi mais baixo (2,02%) com 25% de IOT. Nas composições 13, 19 e 20 os valores são superiores aos 6% recomendados pelas normas ABNT.

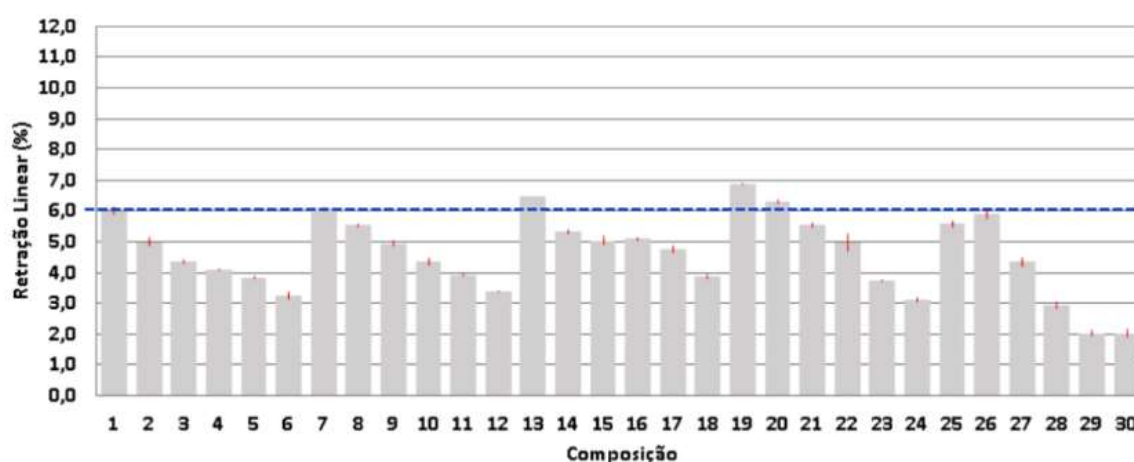
Como pode ser observado na Tabela 33, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 33 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Retração Linear (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	205,702	29	7,09319	155,13	0,0000
Não Explicada	4,84674	106	0,045724		
Total	210,549	135			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 37 - Retração Linear (%) a 1100 °C



Limite máximo recomendado 6%

Fonte: (própria; 2022)

4.4.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm^3)

Os valores continuam relativamente homogêneos, sem diferenças significativas entre as composições. O maior valor foi de 1,69 na composição 11 com 10% de IOT e o menor valor foi de 1,49 na composição 29 com 25% de IOT.

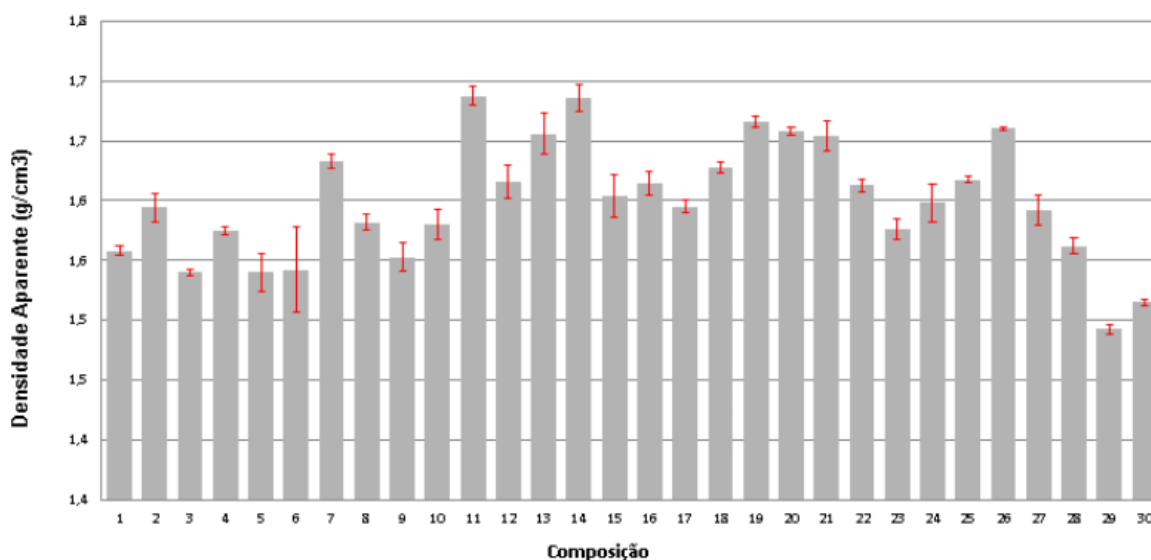
Pode-se observar na Tabela 34, que o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 34 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Densidade Aparente (g/cm^3)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	0,317728	29	0,0109561	14,90	0,0000
Não Explicada	0,07866	107	0,00073514		
Total	0,396388	136			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 38 - Densidade Aparente (g/cm^3) à 1100 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.4.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Em relação à absorção de água também não existem diferenças significativas entre as composições nessa temperatura, embora o teor tenha diminuído em relação às temperaturas anteriores, sendo que o maior valor foi de 25,74 na composição 3 com zero % de IOT e o menor valor foi de 19,53 na composição 19 com 20% de IOT.

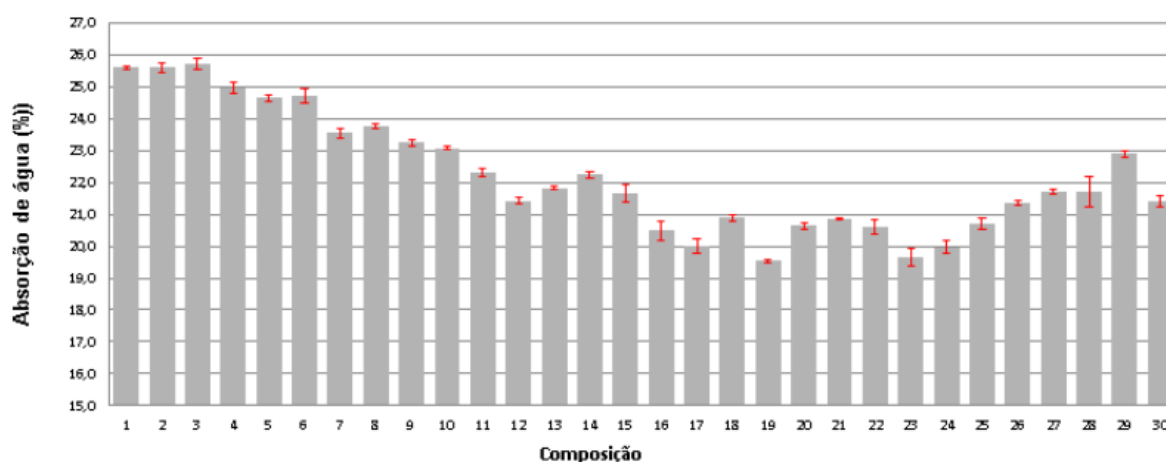
Como pode ser observado na Tabela 35, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 35 - Anova - temperatura de queima 1100°C – Absorção de Água (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	474,483	29	16,3615	86,84	0,0000
Não Explicada	20,5378	109	0,18842		
Total	495,021	138			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 39 - Absorção de Água (%) à 1100 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.4.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)

Com o aumento da temperatura, continua o crescimento, embora pequeno nos valores do módulo de resistência à flexão nessa temperatura, porém os valores continuam baixos, sendo que o maior valor foi de 5,98 na composição 13 com 15% de IOT e o menor valor foi de 2,51 na composição 6 com zero % de IOT.

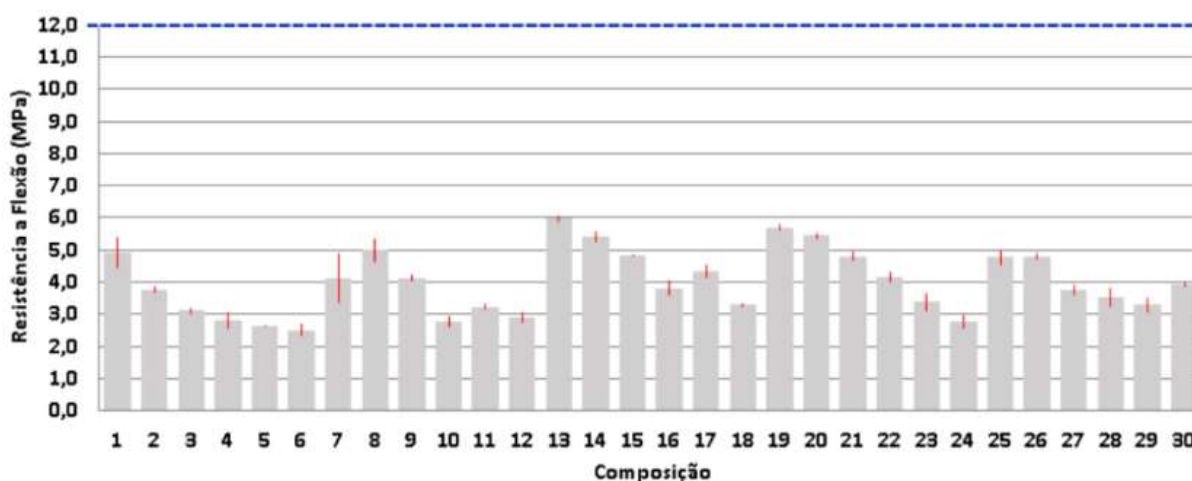
Como pode ser observado na Tabela 36, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 36 - Anova - temperatura de queima 1100°C - Resistência à Flexão (MPa)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	121,213	29	4,17975	16,70	0,0000
Não Explicada	25,534	102	0,250333		
Total	146,747	131			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 40 - Resistência à flexão (MPa) à 1100 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.5 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS À 1150 °C

Os valores das propriedades e/ou características resultantes da sinterização nessa alta temperatura já apresenta valores mais próximos dos exigidos pelas normas brasileiras principalmente para o teor de absorção de água (AA%) e módulo de resistência a flexão (MRF) conforme a Tabela 37.

Tabela 37 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados à 1150 °C

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	8,36 A	5,30	21,87 A	2,95	1,68 FEDCB	1,72	8,59 CBA	5,50
2	7,25 CB	2,25	21,95 A	26,28	1,63 GFE	1,28	5,73 JIHGFED	6,48
3	6,55 GFED	4,38	21,66 BA	1,48	1,65 GFEDC	2,36	5,34 JIHGFE	13,20
4	5,77 JIH	2,66	21,86 A	1,98	1,67 FEDC	1,57	5,17 JIHGFE	9,02
5	5,29 LKJ	1,51	21,91 A	2,34	1,57 G	1,64	4,69 JIHG	14,58
6	4,64 NML	4,24	22,05 A	1,68	1,62 GFE	1,63	4,11 JI	5,96
7	8,08 A	3,05	19,99 DCBA	4,23	1,63 GFE	2,40	7,16 FEDCB	36,46
8	7,13 DCB	1,66	20,30 DCBA	1,13	1,67 FEDCB	3,22	6,95 GFEDC	17,58
9	6,61 FEDC	1,96	20,30 CBA	2,97	1,63 GFE	3,19	5,47 JIHGFE	21,51
10	5,97 IHGF	1,75	19,82 DCBA	0,69	1,62 GFE	0,74	4,92 JIHGFE	23,62
11	5,64 JI	3,56	18,21 FEDC	1,44	1,75 CB	2,27	5,27 JIHGFE	7,60
12	4,73 NMLK	3,66	19,02 EDCBA	0,84	1,70 FEDCB	1,37	3,74 J	8,68
13	8,11 A	4,50	18,40 FEDCB	0,16	1,77 BA	3,82	9,35 BA	18,46
14	6,64 EDC	6,20	19,01 EDCBA	2,40	1,75 DCB	0,84	7,22 EDCB	6,60
15	6,59 FEDC	4,69	18,18 FEDC	3,33	1,72 EDCB	1,76	6,97 GFEDC	9,01
16	6,35 HGFE	1,51	19,08 EDCBA	0,80	1,71 FEDCB	1,55	5,47 JIHGFE	10,64
17	5,67 JI	3,92	18,14 FEDC	3,53	1,68 FEDCB	1,92	5,30 JIHGFE	9,83
18	4,83 MLK	3,49	17,79 FEDC	4,75	1,68 FEDCB	4,15	4,56 JIH	19,88
19	8,27 A	1,76	18,16 FEDC	4,70	1,70 FEDCB	3,54	7,29 FEDCB	2,28
20	7,36 B	2,21	17,30 FEDC	1,14	1,71 FEDCB	3,50	6,93 GFEDC	20,27
21	6,64 EDC	2,90	17,97 FEDC	0,34	1,7 FEDCB	1,60	7,18 GFEDCB	4,80
22	5,92 JIHG	4,72	17,41 FEDC	3,41	1,64 GFED	3,03	5,54 JIHGFED	3,79
23	4,72 NMLK	4,93	16,378 FE	1,60	1,63 GFE	1,23	4,84 JIHGF	10,84
24	4,15 N	2,88	15,64 F	2,06	1,61 GF	2,02	4,32 JIH	5,31
25	6,61 FEDC	7,34	17,52 FEDC	1,63	1,66 GFEDC	1,15	8,18 DCBA	11,22
26	6,80 EDCB	6,65	17,34 FEDC	2,39	1,66 GFEDC	1,07	6,54 IHGFEDC	6,38
27	5,38 KJI	8,62	17,46 FEDC	0,77	1,64 GFE	3,11	6,71 HGFEDC	15,39

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
28	4,48 NM	6,20	16,76 FE	2,70	1,64 GFEDC	1,04	6,54 IHGFEDC	16,26
29	4,36 NM	6,42	15,29 F	1,95	1,64 GFEDC	2,66	5,83 JIHGFED	12,87
30	8,30 A	5,29	5,48 G	25,17	1,85 A	4,22	10,19 A	11,60

Letras diferentes, nas colunas, denotam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2022)

4.5.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

Observando os dados apresentados na Tabela 37, verifica-se que os valores da retração linear (retratibilidade) variaram de 8,36 à 4,15,%%, sendo que o maior valor foi encontrado na composição 1 com zero% de IOT. Na composição 24 o valor foi mais baixo (4,15%) com 20% de IOT.

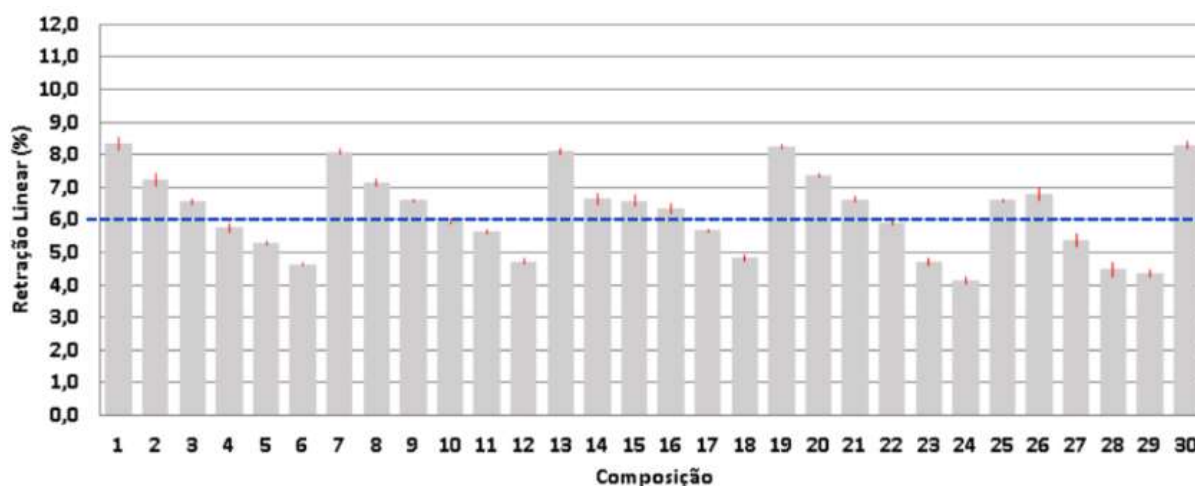
Como pode ser observado na Tabela 38, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 38 - Anova - temperatura de queima 1150°C – Retração Linear (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	234,117	29	8,07301	106,90	0,0000
Não Explicada	9,06204	120	0,075517		
Total	243,179	149			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 41- Retração Linear (%) a 1150 °C



Limite máximo recomendado 6%

Fonte: (própria; 2022)

4.5.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm³)

Quanto aos valores da densidade aparente os valores continuam relativamente homogêneos, não apresentando diferenças muito significativas entre as 30 composições, sendo que o maior valor foi de 1,85 na composição 30 com 25% de IOT e o menor valor foi de 1,57 na composição 5 com zero% de IOT.

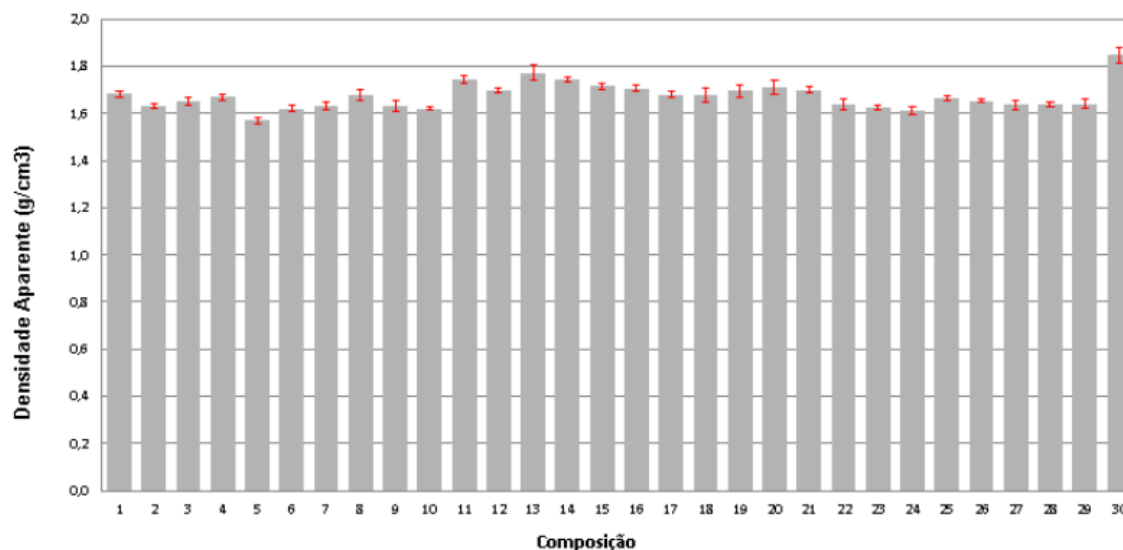
Como pode ser observado na Tabela 39, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 39 - Anova - temperatura de queima 1150°C - Densidade Aparente (g/cm³)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	0,42879	29	0,0147859	8,53	0,0000
Não Explicada	0,192505	111	0,00173428		
Total	0,621295	140			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 42 - Densidade Aparente (g/cm³) à 1150 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.5.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Ocorreram diferenças significativas entre as composições em relação às temperaturas anteriores, sendo que o maior valor foi de 22,05% na composição 6 com zero % de IOT e o menor valor foi de 5,48% na composição 30 com 20%.

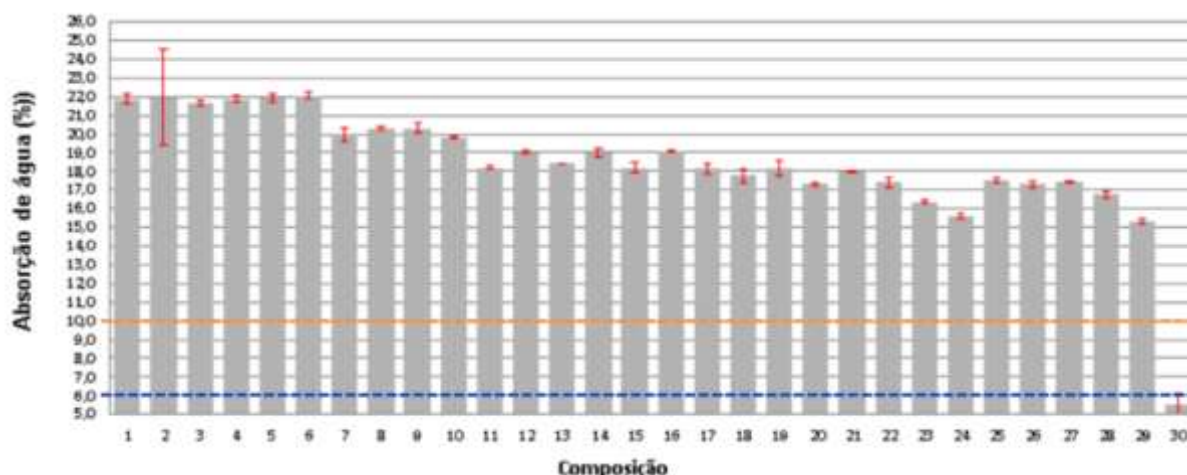
O valor P-Valor da função F da ANOVA, na Tabela 40, resultou um valor menor que 5% (cinco por cento), significando que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança de 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (Ho) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 40 - Anova - temperatura de queima 1150°C - Absorção de Água (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	1395,3	29	48,1139	32,59	0,0000
Não Explicada	163,884	111	1,47643		
Total	1559,19	140			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 43 - Absorção de Água (%) à 1150 °C



AA menor que 3% = B1b; AA maior que 3% e menor ou igual a 6% = B1a; AA maior que 6 e menor ou igual a 10% = B1b; AA maior que 10% = B11

Fonte: (própria; 2022)

4.5.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)

Com o aumento da temperatura, continuou havendo um crescimento nos valores do módulo de resistência à flexão, sendo que o maior valor foi de 10,19 na composição 30 com 25% de IOT e o menor valor foi de 3,74 na composição 12 com 10 % de IOT.

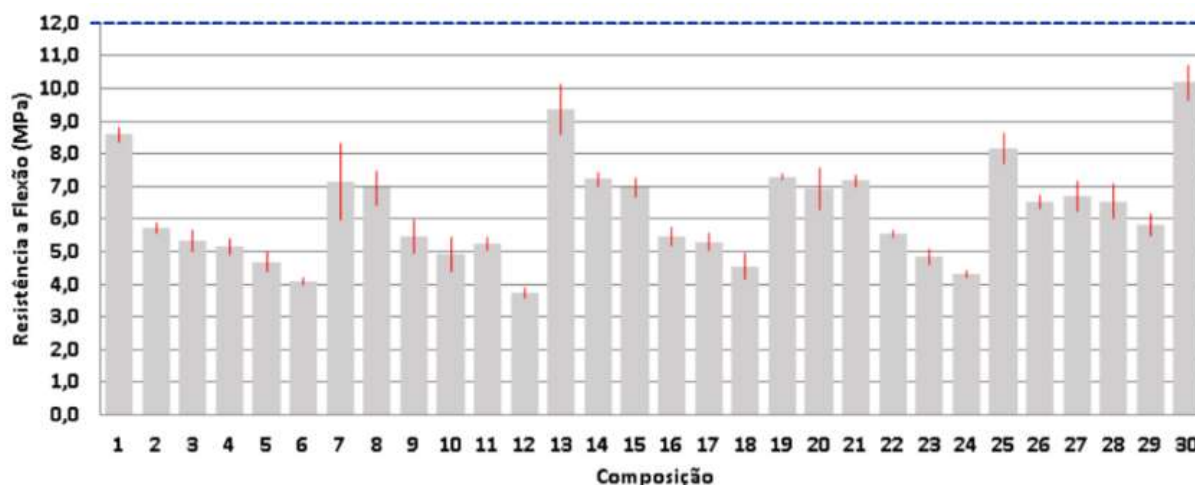
Como pode ser observado na Tabela 41, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 41- Anova - temperatura de queima 1150°C – Resistência à flexão (MPa)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	317,486	29	10,9478	11,70	0,0000
Não Explicada	98,2247	105	0,935473		
Total	415,711	134			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 44 - Resistência à flexão (MPa) à 1150 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.6 VARIAÇÕES FÍSICAS E MECÂNICAS DAS PLACAS CERÂMICAS SINTERIZADAS A 1200 °C

Na temperatura de 1200 °C ocorreram as maiores transformações nos corpos de prova, observando-se inicialmente que as composições 29 e 30 contendo o teor máximo de IOT (25%) e o mínimo de *caolim* (15%) fundiam, não sendo possível registrar as propriedades, porém outras composições atingiram os teores desejáveis e absorção de água (AA%) e do módulo de resistência à flexão.

Os valores das propriedades e/ou características são apresentados na Tabela 42.

Tabela 42 - Variação das características físicas e mecânicas dos cps sinterizados a 1200 °C

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
1	9,83 EDCB	8,23	18,41 BA	1,20	1,75 JIHG	2,16	11,74 FEDCBA	36,15
2	8,73 IHG	1,78	18,31 BA	0,93	1,76 JIHGFE	2,06	7,20 KJI	35,01
3	7,75 LKJ	1,07	18,45 A	2,49	1,71 KJ	2,58	8,06 KJIHG	7,21
4	7,46 MLKJ	5,51	17,19 C	5,27	1,73 JIH	2,02	7,79 KJIH	10,23
5	6,90 NML	4,84	17,32 CB	3,39	1,60 L	3,28	6,32 KJ	17,24
6	6,08 N	7,72	16,85 C	0,30	1,61 LK	1,57	5,66 K	13,51
7	9,75 FEDC	1,39	14,96 D	1,16	1,75 JIHGF	2,01	10,27 IHGFEDCB	11,49

Cp	Retração Linear		Absorção		Densidade Aparente		Resistência a Flexão	
	(%)	CV (%)	(%)	CV (%)	(g/cm ³)	CV (%)	(MPa)	CV (%)
8	9,61GFEDC	2,21	14,02D	4,38	1,74 JIHG	1,47	10,64 HGFEDCBA	8,44
9	8,76 IHG	4,10	12,76 E	4,55	1,78 JIHGFED	2,08	8,59 KJIHGF	17,83
10	8,18 JIH	6,44	12,84 E	1,20	1,79 JIHGFEDC	1,63	8,39 KJIHG	11,36
11	7,23 MLK	0,68	12,00 FE	1,41	1,86 DCBA	1,65	8,42 KJIHG	15,08
12	6,82 NM	2,67	10 G	5,46	1,83 HGFEDCBA	1,09	8,9 JIHGFE	11,77
13	10,69 BA	2,84	11,29 F	0,46	1,86 DCBA	0,91	13,06 CBA	5,79
14	8,77 IHG	3,29	11,95 FE	1,13	1,85 FEDCBA	0,93	11,57 GFEDCBA	7,47
15	8,75 IHG	4,51	10,94 GF	0,37	1,82 GFEDCB	1,10	9,34 JIHGFED	3,00
16	9,21 GFE	1,95	8,89 H	8,11	1,82 GFEDCB	3,28	9,47 JIHGFED	11,75
17	7,94 KJI	0,86	8,13 H	4,50	1,83 GFEDCBA	2,08	9,49 JIHGFED	2,40
18	7,73 LKJ	2,61	6,84 I	2,60	1,92 A	1,49	10,17 IHGFEDC	8,33
19	10,29 CBA	1,14	8,75 H	9,89	1,84 GFEDCBA	1,90	12,50 DCBA	10,55
20	10,37 CBA	1,07	6,18 I	6,13	1,89 BA	3,07	12,56 DCBA	8,78
21	10,06 EDCB	3,00	5,00 J	3,14	1,85 EDCBA	1,74	12,04 EDCBA	2,71
22	9,23 GFE	2,59	3,96 J	2,31	1,88 CBA	0,98	10,79 HGFEDCBA	8,11
23	9,28 GFED	2,38	2,64 K	12,81	1,81 IHGFEDCB	2,05	9,36 JIHGFED	4,73
24	7,78 MLKJI	8,23	2,14 K	8,38	1,70 LKJI	3,97	7,9 KJIHG	8,38
25	11,01 A	2,79	4,92 J	3,16	1,86 DCBA	3,37	13,63 BA	5,15
26	10,18 DCBA	3,60	2,79 K	4,08	1,89 CBA	1,04	13,83 A	8,47
27	8,92 HGF	7,41	2,06 K	1,50	1,71 KJI	1,86	10,22 IHGFEDC	8,47
28	8,83 HGF	3,16	2,07 K	3,25	1,82 HGFEDCB	3,08	11,58 GFEDCBA	7,46
29	FUNDIU		FUNDIU		FUNDIU		FUNDIU	
30	FUNDIU		FUNDIU		FUNDIU		FUNDIU	

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%; CV: Coeficiente de variação.

Fonte: (própria; 2022)

4.6.1 Características Físicas: Variação Dimensional (Retração Linear) (%)

Observando os valores apresentados na Figura 45, verifica-se que os valores da retração linear (retratibilidade) variaram de 11,01 a 6,08%, sendo que o maior valor foi encontrado na composição 25 com 20% de IOT. Na composição 6 o valor foi mais baixo (6,08%) com zero% de IOT. Exceto a composição 6, todas as demais superaram o limite de 6% estabelecidos.

Como pode ser observado na Tabela 43, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa

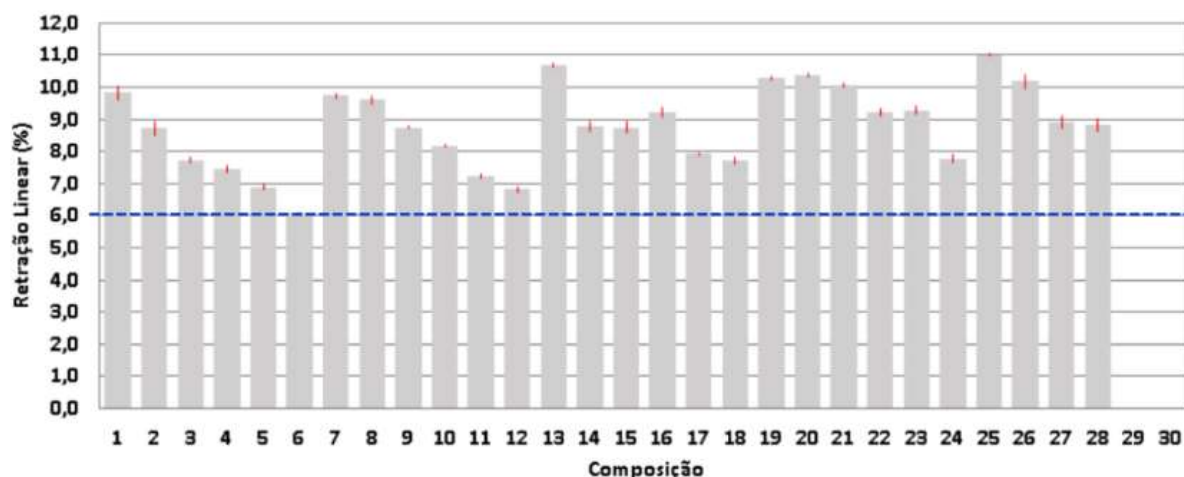
que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 43 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Retração Linear (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	205,091	27	7,59596	59,13	0,0000
Não Explicada	12,8455	100	0,128455		
Total	217,936	127			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 45 - Retração Linear (%) a 1200 °C



Limite máximo recomendado para uso em ambientes molhados ou externos 6%

Fonte: (própria; 2022)

4.6.2 Características Físicas: Densidade Aparente (g/cm^3)

Quanto aos valores da densidade aparente os valores continuam relativamente homogêneos, não apresentando diferenças muito significativas entre as 30 composições, sendo que o maior valor foi de 1,89 na composição 26 com 25% de IOT e o menor valor foi de 1,60 na composição 5 com zero% de IOT.

Como pode ser observado na Tabela 44, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou em um valor menor que 0,05, ou seja 5% (cinco por cento), o que significa que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um

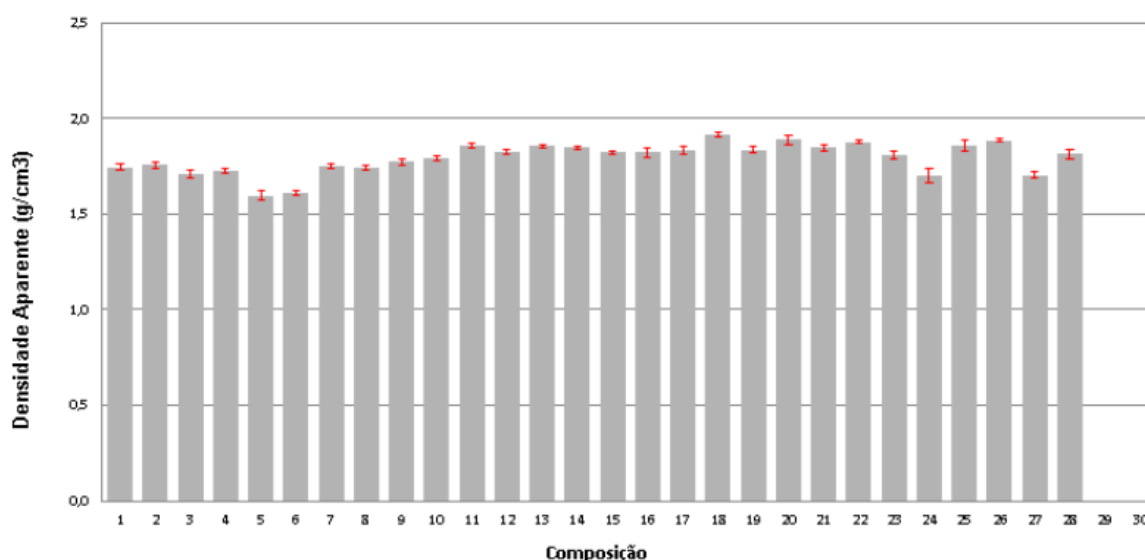
nível de confiança 95%, podendo ser abandonada a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 44 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Densidade aparente (g/cm³)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	0,783315	27	0,0290117	18,69	0,0000
Não Explicada	0,155247	100	0,00155247		
Total	0,938562	127			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 46 - Densidade Aparente (kg/cm³) a 1200 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.6.3 Características Físicas: Absorção de Água (%)

Nessa temperatura ocorreram diferenças significativas entre as composições, tendo diminuído em relação às temperaturas anteriores, sendo que o maior valor foi de 18,45 na composição 3 com zero % de IOT e o menor valor foi de 2,06 na composição 27 com 25% de IOT.

Na Figura 47 pode-se visualizar composições e classificações conforme teores de absorção ($Ev \leq 3\%$ em BIb, $3 < Ev \leq 6\%$ em BIIb e $Ev > 6\%$ em BIII).

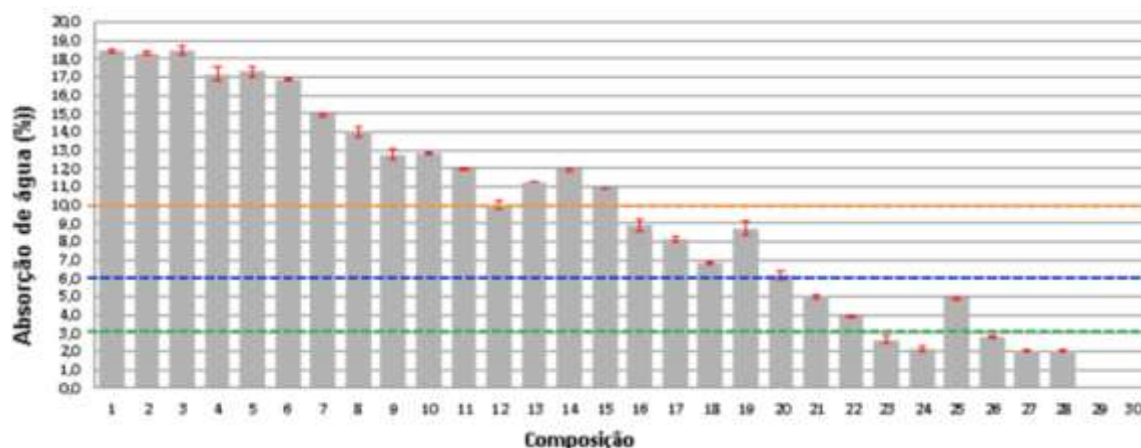
Na Tabela 45, o P-Valor da função F da ANOVA mostra um valor menor que 5% (cinco por cento), significando a existência de diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%, podendo-se abandonar a hipótese inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciaram no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

Tabela 45 - Anova - temperatura de queima 1200°C – Absorção de Água (%)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	205,091	27	7,59596	59,13	0,0000
Não Explicada	12,8455	100	0,128455		
Total	217,936	127			

Fonte: (própria; 2022)

Figura 47 - Absorção de Água (%) a 1200 °C



Fonte: (própria; 2022)

4.6.4 Características Mecânicas: Módulo de Resistência à Flexão (MPa)

Continuou havendo um crescimento nos valores do módulo de resistência à flexão (MRF), sendo que o maior valor foi de 12,04 na composição 21 com 20% de IOT e o menor valor foi de 5,66 na composição 6 com zero% de IOT.

Na Tabela 46, o P-Valor da função F da ANOVA, resultou valor menor que 5% (cinco por cento), significando que existem diferenças estatísticas significativas entre os tratamentos adotados a um nível de confiança 95%. Pode-se abandonar a hipótese

inicial (H_0) de que as diferentes composições não influenciariam no resultado analisado, conforme teste de comparação de médias de Tukey-Kramer.

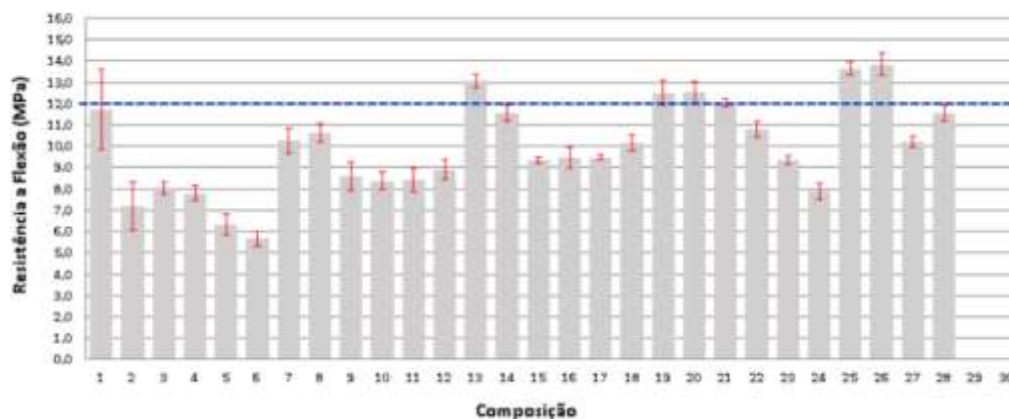
Tabela 46 - Anova - temperatura de queima 1200°C - Resistência à flexão (MPa)

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)	P-Valor
Explicada	612,885	27	22,6995	12,95	0,0000
Não Explicada	180,561	103	1,75302		
Total	793,446	130			

Font: (própria; 2022)

O MRF nas composições 13, 19, 20, 21, 25 e 26 atingiram valores maior ou igual a 12 MPa, podendo ser classificadas como BIII.

Figura 48 - Resistência à flexão (MPa) a 1200 °C



Maior ou igual a 12 MPa = BIII

Fonte: (própria; 2022)

4.7 ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE QUEIMA SOBRE AS CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS

A seguir serão apresentados lado a lado os valores das características físicas e mecânicas sinterizados nas diferentes temperaturas, onde podem ser notadas facilmente as diferenças provocadas pelas temperaturas de queima em °C.

4.7.1 Influência da Temperatura de Queima sobre a Retração Linear das Placas

Os valores são apresentados na Tabela 47.

Tabela 47 - Influência temperatura de queima sobre a retração linear

Cp	Temperatura de Queima					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	3,68 BA	2,77 A	4,62 CBA	6,0 DCB	8,36 A	9,83 EDCB
2	2,69 ED	2,7 BA	4,21 C	5,0 HG	7,25 CB	8,73 IHG
3	2,41 IHGFE	2,33 DCBA	3,49 GFE	4,37 KJI	6,55 GFED	7,75 LKJ
4	2,17 IHG	1,95 HGFEDC	3,09 HG	4,1 LKJ	5,77 JIH	7,46 MLKJ
5	2,14 IHG	1,6 JIHGFE	2,54 LKJI	3,84 MLK	5,29 LKJ	6,90 NML
6	1,6 LKJ	1,38 JIHG	2,2 L	3,26 ON	4,64 NML	6,08 N
7	2,76 ED	2,07 FEDCBA	4,16 DC	6,08 DCB	8,08 A	9,75 FEDC
8	2,46 HGFE	1,79 JIHGFED	3,64 FED	5,54 FED	7,13 DCB	9,61 GFEDC
9	3,97 A	1,83 JIHGFEDC	3,28 HGF	4,1 HG	6,61 FEDC	8,76 IHG
10	3,33 CB	1,47 JIHGF	2,77 KJIH	4,37 JI	5,97 IHGF	8,18 JIH
11	2,95 DC	1,55 JIHGFE	2,5 LKJ	3,9 MLKJ	5,64 JI	7,23 MLK
12	1,01 O	1,29 JI	2,05 L	3,37 ONM	4,73 NMLK	6,82 NM
13	2,64 FED	2,09 FEDCBA	4,76 BA	6,47 BA	8,11 A	10,69 BA
14	1,94 KJI	2,03 GFEDCB	3,12 HGF	5,34 GFE	6,64 EDC	8,77 IHG
15	1,51 NMLK	1,48 JIHGFE	3,28 HGF	5,04 HGF	6,59 FEDC	8,75 IHG
16	1,65 LKJ	1,47 JIHGF	3,45 GF	5,10 HGFE	6,35 HGFE	9,21 GFE
17	1,35 ONML	1,37 JIHG	3,03 HG	4,78 IH	5,67 JI	7,94 KJI
18	1,11 ONM	1,53 JIHGFE	3,01 IHG	3,87 MLKJ	4,83 MLK	7,73 LKJ
19	2,59 GFED	1,93 HGFEDC	5,06 A	6,88 A	8,27 A	10,29 CBA
20	2,06 JIH	1,97 HGFEDC	4,94 A	6,3 CB	7,36 B	10,37 CBA
21	1,57 MLK	1,79 JIHGFED	4,31 CB	5,56 FED	6,64 EDC	10,06 EDCB
22	1,33 ONML	1,98 HGFEDC	3,32 GF	4,98 HG	5,92 JIHG	9,23 GFE
23	1,11 ON	1,45 JIHGF	3 IHG	3,74 NML	4,72 NMLK	9,28 GFED
24	0,9 PO	1,59 JIHGFE	2,25 LK	3,13 O	4,15 N	7,78 MLKJI
Cp	Temperatura de Queima					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
25	2,19 IHGF	2,19 EDCBA	4,04 EDC	5,58 ED	6,61 FEDC	11,01 A
26	1,3 ONML	2,05 FEDCB	3,41 GF	5,9 DC	6,80 EDCB	10,18 DCBA
27	1,38 ONML	2,29 DCBA	3,26 HGF	4,36 KJI	5,38 KJI	8,92 HGF
28	0,54 P	2,44 CBA	2,4 LK	2,95 O	4,48 NM	8,83 HGF
29	0 Q	1,33 JIH	0,89 M	2,024P	4,36 NM	FUNDIU
30	-0,63 R	1,22 J	0,49 M	2,04 P	8,30 A	FUNDIU

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2022)

Devido à especificação da NBR 13817 (ABNT, 1997) e NBR ISO 13006 (ABNT, 2020) que recomendam a limitação da retração das placas cerâmicas em 6% (seis por cento), função da expansão por umidade (EPU), foi elaborada a Tabela 48 que classifica as placas por níveis de retração conforme temperaturas.

Tabela 48 - Classificação das placas cerâmicas por níveis de retração linear (RL) em %

Níveis		Retração linear em %					
		950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150°C	1200 °C
1	RL ≥ 6	0	0	0	5	16	28
2	3 ≤ RL < 6	3	0	21	22	14	0
3	2 ≤ RL < 3	11	10	7	3	0	0
4	1 ≤ RL < 2	12	20	0	0	0	0
5	RL < 1	4	0	2	0		0

Fonte: (própria; 2022)

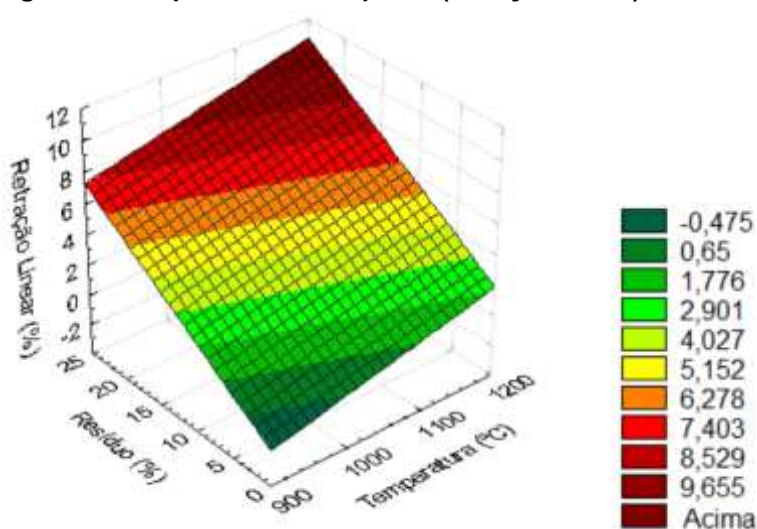
Observa-se na tabela acima que na temperatura de 1200°C todas as placas cerâmicas apresentam retração linear acima de 6%, sendo que na temperatura de 1150°C, 16 (dezesseis) placas estão com o índice acima dos 6%, ou seja 53,33% e as demais 14 pacas estão entre 3 e 6 %, portanto 46,67%. Nas temperaturas de 950, 1000 e 1050 graus nenhuma placa retraiu mais 6% ou mais. Na Tabela 49 são apresentadas as correlações parciais do modelo estatístico.

A questão da retração linear pode ser analisada do ponto de vista da expansão por (EPU), ou seja, placas cerâmicas com valores de RL acima de 6% devem ter seu uso evitado em ambientes úmidos, em contato com água ou em fachadas de edifícios (ambiente externo) com altas variações térmicas.

Tabela 49 - Correlações Parciais

Correlações Parciais	
Retração Linear (%)	1,0000
Temperatura	0,8747
Resíduo (%)	0,0882
Areia Fundição (%)	-0,5328
Vidro (%)	-0,0528
Caolin (%)	-0,2443

Fonte: (própria; 2022)

Figura 49 - Superfície de Resposta (retração linear)

Fonte: (própria; 2022)

4.7.2 Influência da Temperatura de Queima sobre a Absorção de Água das Placas

AS NBR 13817/97 e NBR ISO 13006/20 classificam as placas cerâmicas segundo a absorção de água de acordo com a Tabela 50.

Tabela 50 - Classificação das placas cerâmicas segundo o teor de absorção de água (%)

Nomenclatura comercial do produto	Absorção de água (%)
Porcelanato	$\leq 0,5$
Grés	$0,5 < \text{abs} \leq 3$
Semigrés	$3 < \text{abs} \leq 6$
Semiporoso	$6 < \text{abs} \leq 10$
Poroso	$10 > \text{abs}$

Fonte: (Adaptado de NBR 13817 (ABNT; 1997))

A NBR ISO 13006/2020 alterou a nomenclatura de classificação da NBR 13817/97. Excluiu o termo porcelanato ($AA \leq 0,5\%$) e o Grés ($0,5 \leq AA \leq 3$), o termo **semi grés** passou para **BIIa**, **semi Poroso** para **BIIb** e **Poroso** para **BIII**.

Tabela 51 - Influência da temperatura de queima sobre a absorção de água

Cp	Temperatura de Queima					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	28,93 A	28,55 FEDCBA	28,49 A	25,62BA	21,87 A	18,41 BA
2	28,2 DCBA	27,63 GFEDCB	27,5 CBA	25,60 BA	21,95 A	18,31 BA
3	27,62 GFEDC	27,6 GFEDCB	27,96 BA	25,74 A	21,66 BA	18,45 A
4	27,17 HGFED	27,3 IHGFE	27,2 DCB	24,99 BA	21,86 A	17,19 C
5	26,83 IHGFE	26,14 KJI	27,43 DCB	24,67 CB	21,91 A	17,32 CB
6	26,06 JI	26,22 KJIH	26,75 EDC	24,72 CBA	22,05 A	16,85 C
7	28,37 DCBA	27,64 GFEDCB	27,38 DCB	23,55 D	19,99 DCBA	14,96 D
8	28,49 CBA	27,52 GFEDC	27,86 BA	23,75 DC	20,30 DCBA	14,02D
9	27,77 FEDC	26,68 JIHG	27,46 CB	23,25 ED	20,30 CBA	12,76 E
10	26,68 IHGF	26,11 KJI	26,47 FEDC	23,07 ED	19,82 DCBA	12,84 E
11	25,13 J	24,85 LK	25,05 IHG	22,31 GFE	18,21 FEDC	12,00 FE
12	25,3 J	24,63 L	24,63 KJIH	21,43 KJIHG	19,02EDCBA	10 G
13	28,51 CBA	27,64GFEDCB	25,72 HGFE	21,84 HGF	18,40FEDCB	11,29 F
14	27,92 EDCBA	27,4 IHGFE	25,94 GFE	22,25 GFE	19,01EDCBA	11,95 FE
15	27,52 GFED	26,85 IHG	25,63 HGF	21,67 JIHG	18,18 FEDC	10,94 GF
16	27,7 FEDC	28,73 DCBA	24,89 JIH	20,50 NMLK	19,08EDCBA	8,89 H
17	26,44 IH	27,47IHGFEDC	24,28 KJI	20,01 NML	18,14 FEDC	8,13 H
18	25,86 JI	26,28 KJIHG	23,1 ML	20,89 LKJIH	17,79 FEDC	6,84 I
19	28,81 BA	29,28 A	24,05 LKJI	19,53 N	18,16 FEDC	8,75 H
20	27,83 FEDC	27,57 GFEDCB	23,06 ML	20,64NMLKJI	17,30 FEDC	6,18 I
21	28,21 DCBA	28,74 CBA	23,53 MLK	20,87 LKJIH	17,97 FEDC	5,00 J
22	27,79 FEDC	27,19 IHGF	23,69 LK	20,61 MLKJI	17,41 FEDC	3,96 J
23	26,63 IHG	27,52 GFEDC	23,1 ML	19,65 NM	16,378 FE	2,64 K
24	25,26 J	25,4 LKJ	22,43 M	19,98 NML	15,64 F	2,14 K
25	27,98 EDCBA	27,37IHGFEDC	23,25 ML	20,71MLKJIH	17,52 FEDC	4,92 J
26	28,31 DCBA	27,44 HGFED	23,99 LKJI	21,35 KJIHG	17,34 FEDC	2,79 K
27	27,77 FEDC	26,89 IHG	23,75 LK	21,71 IHG	17,46 FEDC	2,06 K
28	27,13 HGFED	26,74 IHG	23,93 LKJ	21,71 IHG	16,76 FE	2,07 K
29	27,16 HGFED	28,6 EDCBA	26,36 FED	22,90 FED	15,29 F	FUNDIU
30	27,04 HGFED	28,94 BA	26,63 FEDC	21,39 KJIHG	5,48 G	FUNDIU

Fonte: (própria; 2022)

Entre 950 e 1100 °C, todas as placas apresentam teores de absorção acima de 10%. Na temperatura de 1150 graus uma placa apresentou teor de 5,48% e 29 placas, acima de 10%. Com 1200 °C, 5 placas apresentam teores entre 0,5 e 3%, 3 placas ficaram entre 3 e 6%, 6 placas absorvem entre 6 e 10% e 14 placas estão acima de 10%. Duas placas fundiram. Ver Tabela 52.

Tabela 52 - Níveis de absorção de água (%)

Nível (AA %)	Classificação por faixas de temperatura					
	Absorção de água (%)					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150°C	1200 °C
1 AA ≤ 0,5	0	0	0	0	0	0
2 0,5 < AA ≤ 3	0	0	0	0	0	5
3 3 < AA ≤ 6	0	0	0	0	1	3
4 6 < AA ≤ 10	0	0	0	0	0	7
5 AA > 10	30	30	30	30	29	15

Fonte: (própria; 2022)

Tabela 53 - Análise da Variância

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)
Regressão	580,681	5	116,136	373,0
Residual	10,896	35	0,311	
Total	591,577	40	14,789	

Fonte: (própria; 2022)

A análise de variância do modelo resultou em um F Calculado igual a 373,0, maior que o valor de F tabelado, para um nível de significância de 1,0%, igual a 3,444, portanto, aceita-se a hipótese de haver regressão.

A significância determinada para o modelo é igual a $5,4 \times 10^{-18}$ e a confiabilidade do modelo é maior que 99,999%.

As correlações parciais entre a variável dependente e as independentes, de acordo com o modelo de regressão estabelecido, são apresentadas na Tabela 54.

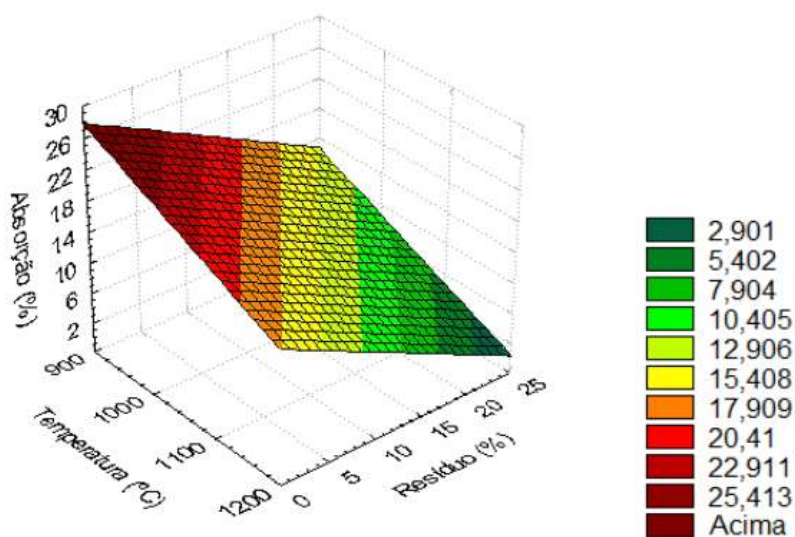
Tabela 54 - Correlações Parciais

Correlações Parciais	
Absorção (%)	1,0000
Temperatura	-0,9728
Resíduo (%)	0,2553
Areia Fundição (%)	-0,1871
Vidro (%)	-0,2161
Caolin (%)	0,2083

Fonte: (própria; 2022)

Todas as variáveis influenciam na absorção de água, porém a temperatura continua exercendo a maior influência, sendo que à 1200 °C, com adição do rejeito de mineração, IOT algumas placas apresentam teores de absorção aceitáveis para utilização como cerâmica de revestimento.

Figura 50 - Superfície de resposta (Absorção de água)



Fonte: (própria; 2022)

4.7.3 Influência da Temperatura de Queima sobre a Densidade Aparente das Placas

Tabela 55 - Influência sobre a Densidade Aparente

Cp	Temperatura de Queima					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	1,42 GFE	1,47 EDC	1,51 GFEDCBA	1,56 JIHFED	1,68 FEDCB	1,75 JIHG
2	1,44 GFED	1,48 EDC	1,45 IHGFE	1,59 HFEDCB	1,63 GFE	1,76 JIHGFE
3	1,42 GFED	1,47 EDC	1,46 IHGFED	1,54 JIH	1,65GFEDC	1,71 KJ
4	1,46 FED	1,49 DC	1,52 GFEDCBA	1,58 IHFEDC	1,67 FEDC	1,73 JIH
5	1,48 FEDC	1,5 CB	1,47 IHGFEDC	1,54 JIH	1,57 G	1,60 L
6	1,46 FED	1,48 EDC	1,49IHFEDCB	1,54 JIH	1,62 GFE	1,61 LK
7	1,44 GFED	1,5 CB	1,48 IHGFEDC	1,63 DCBA	1,63 GFE	1,75 JIHGF
8	1,46 FED	1,47 EDC	1,43 IHG	1,58 IHFEDC	1,67 FEDCB	1,74 JIHG
9	1,73 B	1,49 DC	1,44 IHG	1,55 JIHFE	1,63 GFE	1,78 JIHGFED
10	1,85 A	1,5 DCB	1,54 DCBA	1,58 IHFEDC	1,62 GFE	1,79 JIHGFEDC
11	1,84 A	1,54 BA	1,56 CBA	1,69 A	1,75 CB	1,86 DCBA
12	1,55 C	1,55 A	1,57 BA	1,62 FEDCB	1,70 FEDCB	1,83HGFEDCBA
13	1,44 GFED	1,5 CB	1,54 EDCBA	1,66 CBA	1,77 BA	1,86 DCBA
14	1,5 DC	1,5 CB	1,56 CBA	1,69 A	1,75 DCB	1,85 FEDCBA
15	1,45 FED	1,5 CB	1,54 EDCBA	1,60 HFEDCB	1,72 EDCB	1,82 GFEDCB
16	1,49 EDC	1,49 DC	1,55 CBA	1,61 FEDCB	1,71 FEDCB	1,82 GFEDCB
17	1,47 FED	1,45 FED	1,53 FEDCBA	1,60 HFEDCB	1,68 FEDCB	1,83 GFEDCBA
18	1,49 EDC	1,5 DCB	1,55 CBA	1,63 EDCBA	1,68 FEDCB	1,92 A
19	1,46 FED	1,48 EDC	1,53 FEDCBA	1,67 BA	1,70 FEDCB	1,84 GFEDCBA
20	1,48 FEDC	1,51 CBA	1,59 A	1,66 CBA	1,71 FEDCB	1,89 BA
21	1,45 FED	1,47 EDC	1,52 GFEDCBA	1,65 CBA	1,7 FEDCB	1,85 EDCBA
22	1,44 GFED	1,49 DC	1,5IHFEDCBA	1,61GFEDCB	1,64 GFED	1,88 CBA
23	1,46 FED	1,5 DCB	1,51 GFEDCBA	1,58 IHFEDC	1,63 GFE	1,81 IHGFEDCB
24	1,49 EDC	1,51 CBA	1,51 GFEDCBA	1,6 HFEDCB	1,61 GF	1,70 LKJI
25	1,42 GFED	1,49 DC	1,54 DCBA	1,62 FEDCBA	1,66GFEDC	1,86 DCBA
26	1,42 GFED	1,51 CBA	1,52 GFEDCBA	1,66 CBA	1,66GFEDC	1,89 CBA
27	1,41 GF	1,5 CB	1,5 HGFEDCBA	1,59 HFEDCB	1,64 GFE	1,71 KJI
28	1,46 FED	1,47 EDC	1,54 EDCBA	1,56 JIHFED	1,64GFEDC	1,82 HGFEDCB
29	1,41 GF	1,44 FE	1,42 IH	1,49 J	1,64GFEDC	FUNDIU
30	1,36 G	1,41 F	1,41 I	1,52 JI	1,85 A	FUNDIU

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%.

Fonte: (própria; 2022)

Tabela 56 - Classificação por níveis de densidade (g/cm³)

Nível	Densidade (g/cm ³)	Classificação por faixas de temperatura					
		Densidade (g/cm ³)					
		950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	D ≤ 1,5	26	24	9	1	0	0
2	1,5 < D ≤ 1,6	1	6	21	16	1	1
3	1,6 < D ≤ 1,7	0	0	0	13	22	2
4	1,7 < D ≤ 1,8	1	0	0	0	6	9
5	D > 1,8	2	0	0	0	1	16

Fonte: (própria; 2022)

Tabela 57 - Análise da Variância

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)
Regressão	0,113	5	2,265x10 ⁻²	119,8
Residual	9,270x10 ⁻³	49	1,891x10 ⁻⁴	
Total	0,122	54	2,269x10 ⁻³	

Fonte: (própria; 2022)

A análise de variância do modelo resultou em um F Calculado igual a 119,8, maior que o valor de F tabelado, para um nível de significância de 1,0%, igual a 3,444, portanto, aceita-se a hipótese de haver regressão.

A significância determinada para o modelo é igual a 5,4x10⁻¹⁸% e a confiabilidade do modelo é maior que 99,999%.

As correlações parciais entre a variável dependente e as independentes, de acordo com o modelo de regressão estabelecido, são apresentadas na Tabela 58.

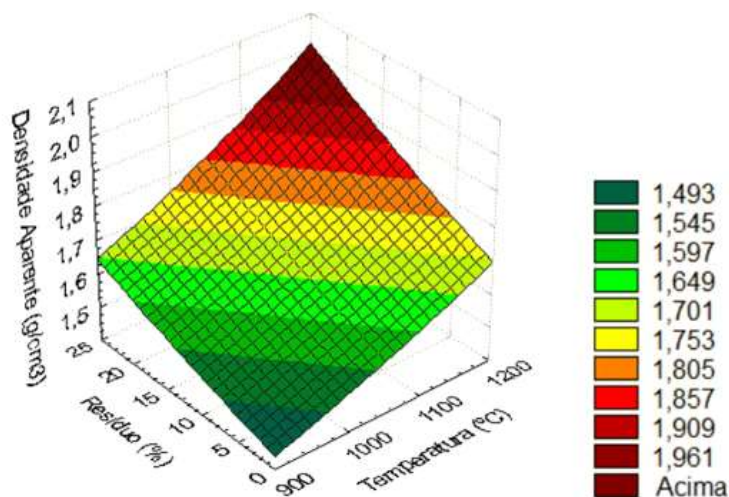
Tabela 58 - Correlações Parciais

Correlações Parciais	
Densidade (g/cm ³)	1,0000
Temperatura	-0,9485
Resíduo (%)	0,0322
Areia Fundição (%)	0,1352
Vidro (%)	-0,0073
Caolin (%)	0,2195

Fonte: (própria; 2022)

Todas variáveis influenciam na densidade, porém a temperatura exerce a maior influência, sendo que à 1200 °C, com adição do rejeito de mineração, IOT 25 placas apresentaram densidade acima de 1,7 g/cm³.

Figura 51 - Superfície de Resposta (densidade aparente)



Fonte: (própria; 2022)

4.7.4 Influência da Temperatura de Queima sobre a Resistência à Flexão das Placas

AS NBR 13817/97 e NBR ISO 13006/20 codificam placas cerâmicas, conforme o processo de fabricação em extrudadas (A) ou prensadas (B), pelos grupos de absorção (I, II, III), teores de absorção (a, b e B), carga de ruptura (N) e módulo de resistência à flexão (MPa) conforme o contido na Tabela 59.

Tabela 59 - Classificação das placas cerâmicas de acordo com o MRF (MPa)

	Codificação	Absorção de água (%)	Carga de ruptura (N)		Mod. Resist. Flexão (MPa)
			e ≥ 7,5 mm	e < 7,5 mm	
Extrudado	AI	≤ 3	≥ 1100	≥ 600	≥ 23
	Alla	3 < abs ≤ 6	≥ 950	≥ 600	≥ 20
	AIIB	6 < abs ≤ 10	≥ 900		≥ 17,5
	AIII	10 > abs	≥ 600		≥ 8
	Codificação		Carga de ruptura (N)		

	Absorção de água (%)	e		Mod. Resist. Flexão (MPa)	
		≥ 7,5 mm	< 7,5 mm		
Prensado	Bia	≤ 0,5	≥ 1300	≥ 700	≥ 35
	Bib	0,5 < abs ≤ 3	≥ 1100	≥ 700	≥ 30
	BIIa	3 < abs ≤ 6	≥ 1100	≥ 600	≥ 22
	BIIb	6 < abs ≤ 10	≥ 800	≥ 500	≥ 18
	BIII	10 > abs	≥ 600	≥ 200	≥ 15 p/ e ≥ 7,5 mm ≥ 12 p/ e < 7,5 mm

Fonte: (Adaptado de NBR 13817 ABNT; 1997)

Tabela 60 - Classificação das placas por níveis do Módulo de Resistência à flexão (MPa)

		Classificação por faixas de temperatura					
Nível	Resistência à flexão (MPa)	Resistência à flexão (MPa)					
		950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	RF ≤ 1,0	7	0	0	0	0	0
2	1,0 < RF ≤ 5,0	23	30	30	26	7	0
3	5,0 < RF ≤ 10,0	0	0	0	4	22	16
4	10,0 < RF ≤ 12,0	0	0	0	0	1	8
5	RF > 12,0	0	0	0	0	0	6

Fonte: (própria; 2022)

Tabela 61 - Influência sobre a Resistência à Flexão

Cp	Temperatura de Queima					
	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
1	1,65 EDCBA	2,77 A	3,23 FEDCBA	4,92 FEDCBA	8,59 CBA	11,74 FEDCBA
2	1,76 DCBA	2,7 BA	3,03 GFEDCBA	3,78 KJIHGFE	5,73 JIHGFED	7,20 KJI
3	1,64 EDCBA	2,33 DCBA	2,19 IHGF	3,11 KJIH	5,34 JIHGFED	8,06 KJIHG
Cp	Temperatura de Queima					

	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
4	1,57 GFEDCBA	1,95 HGFEDC	2,5 IHGFEDC	2,81 KJ	5,17JIHGFE	7,79 KJIH
5	1,26 JIHGFE	1,6 JIHGFE	2,02 IHG	2,62 KJ	4,69 JIHG	6,32 KJ
6	1,23 JIHGFE	1,38 JIHG	1,71 I	2,51 K	4,11 JI	5,66 K
7	1,79 DCBA	2,07 FEDCBA	3,3 EDCBA	4,14 HGFED	7,16 FEDCB	10,27 IHGFEDCB
8	1,68 EDCBA	1,79 JIHGFED	2,6 IHGFEDC	4,99 EDCBA	6,95 GFEDC	10,64 HGFEDCBA
9	1,81 CBA	1,83 JIHGFEDC	1,89 IH	4,12 IHGFEDC	5,47 JIHGFE	8,59 KJIHGF
10	1,86 BA	1,47 JIHGF	2,45 IHGFED	2,76 KJI	4,92 JIHGFE	8,39 KJIHG
11	1,95 A	1,55 JIHGFE	2,4 IHGFED	3,24 KJIH	5,27 JIHGFE	8,42 KJIHG
12	0,91 J	1,29 JI	2,09 IHG	2,90 KJI	3,74 J	8,9 JIHGFE
13	1,58 FEDCBA	2,09 FEDCBA	3,61 CBA	5,98 A	9,35 BA	13,06 CBA
14	1,42 IHGFEDCB	2,03 GFEDCB	2,83 IHGFEDCBA	5,42 DCBA	7,22 EDCB	11,57 GFEDCBA
15	1,3 JIHGFEDC	1,48 JIHGFE	2,68 IHGFEDC	4,83 GFEDCBA	6,97 GFEDC	9,34 JIHGFED
16	0,9 J	1,47 JIHGF	2,56 IHGFEDC	3,82 JIHGFE	5,47 JIHGFE	9,47 JIHGFED
17	1,02 JIH	1,37 JIHG	2,36 IHGFED	4,34 HGFEDCB	5,30 JIHGFE	9,49 JIHGFED
18	0,81 J	1,53 JIHGFE	2,48 IHGFED	3,29 KJIH	4,56 JIH	10,17 IHGFEDC
19	1,44 IHGFEDCBA	1,93 HGFEDC	3,81 BA	5,70 BA	7,29 FEDCB	12,50 DCBA
20	1,28 JIHGFEDC	1,97 HGFEDC	3,94 A	5,44 CBA	6,93 GFEDC	12,56 DCBA
21	1,03 JIH	1,79 JIHGFED	3,44 DCBA	4,80 FEDCBA	7,18 GFEDCB	12,04 EDCBA
22	0,85 J	1,98 HGFEDC	2,77 IHGFEDCB	4,15 HGFEDC	5,54 JIHGFED	10,79 HGFEDCBA
23	0,95 JI	1,45 JIHGF	2,31 IHGFED	3,38 KJIH	4,84 JIHGF	9,36 JIHGFED
24	0,94 JI	1,59 JIHGFE	2,12 IHGF	2,78 KJI	4,32 JIH	7,9 KJIHG
25	1,46 HGFEDCBA	2,19 EDCBA	3,82 BA	4,76 GFEDCBA	8,18 DCBA	13,63 BA
26	1,1 JIHG	2,05 FEDCB	3,12 GFEDCBA	4,79 GFEDCBA	6,54 IHGFEDC	13,83 A
27	1,14 JIHGF	2,29 DCBA	2,79 IHGFEDCBA	3,76 JIHGF	6,71 HGFEDC	10,22 IHGFEDC
28	1,27 JIHGFED	2,44 CBA	3,12 GFEDCBA	3,55 KJIHG	6,54 IHGFEDC	11,58 GFEDCBA
Cp	Temperatura de Queima					

	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
29	1 JIH	1,33 JIH	1,84 IH	3,29 KJIH	5,83 JIHGFED	FUNDIU
30	0,82 J	1,22 J	2,33 IHGFED	3,93 JIHGFED	10,19 A	FUNDIU

Letras diferentes nas colunas indicam diferenças estatísticas significativas a um nível de confiança de 95%

Fonte: (própria; 2022)

Tabela 62 - Análise da Variância do Modelo

Fonte da Variação	Soma dos Quadrados	GL	Quadrados Médios	Função F (Fischer-Snedecor)
Regressão	235,295	5	47,059	162,2
Residual	13,346	46	0,290	
Total	248,641	51	4,875	

Fonte: (própria; 2022)

A análise de variância do modelo resultou em um F Calculado igual a 162,2, maior que o valor de F tabelado, para um nível de significância de 1,0%, igual a 3,444, portanto, aceita-se a hipótese de haver regressão.

A significância determinada para o modelo é igual a $5,4 \times 10^{-18}$ e a confiabilidade do modelo é maior que 99,999%.

As correlações parciais entre a variável dependente e as independentes, de acordo com o modelo de regressão estabelecido, são apresentadas na Tabela 63.

Tabela 63 - Correlações Parciais em relação a Resistência à Flexão

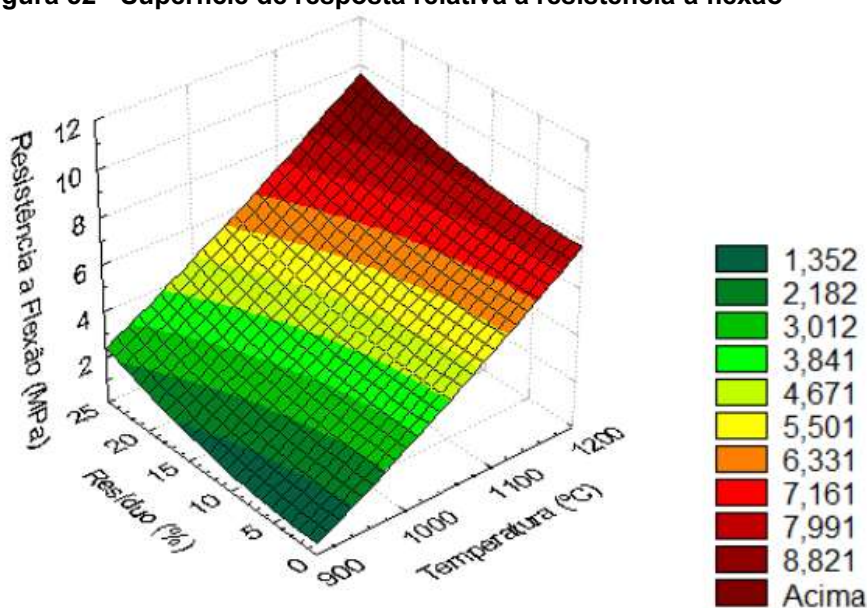
Correlações Parciais	
Resistência Flexão (MPa)	1,0000
Temperatura	0,9279
Resíduo (%)	-0,2607
Areia Fundição (%)	-0,2169
Vidro (%)	-0,2304
Caolin (%)	0,3072

Fonte: (própria; 2022)

Conforme pode ser observado na Tabela 63, as variáveis independentes mais importantes para a determinação da resistência à flexão são a temperatura de queima, o teor de *caolim* e do resíduo da composição.

A superfície de resposta, relativa à variação da resistência à flexão em relação a temperatura de queima e do teor de resíduo utilizado nas composições é apresentada na Figura 52.

Figura 52 - Superfície de resposta relativa à resistência à flexão



Observação: A superfície de resposta pode não estar apresentando os valores exatos devido a interferência das demais variáveis.

Fonte: (própria; 2022)

4.8 PROCESSOS FÍSICO-QUÍMICOS DE FORMAÇÃO DAS ESTRUTURAS DAS CERÂMICAS

4.8.1 Composição Mineralógica das Composições Número 9 e 30

Para explicar as alterações ocorridas nas propriedades das cerâmicas desenvolvidas (retração linear, absorção de água, densidade aparente e na resistência à flexão) e com base na grande experiência do meu orientador, professor (Phd) em reaproveitamento de resíduos industriais e municipais urbanos foram selecionadas duas composições para análise cristalográfica e morfológica, sendo

elas, a composição 9 (nove) com uma quantidade mínima de IOT (10%) e grande percentual de caolim (60%) e a composição 30 (trinta), que além de conter o mínimo teor de caolim (15%) contém a máxima quantidade do rejeito de mineração, IOT (25%) e apresentou bons resultados nas propriedades físicas e mecânicas já demonstrados na Tabela 37, principalmente no índice de absorção de água e na resistência mecânica à flexão.

4.8.1.1 Composição mineralógica da composição 9 (nove) sinterizada à 950 °C

As transformações mineralógicas durante a queima em temperaturas já indicada foram determinadas por difração de Raios-X (DRX) no Laboratório de Mineralogia (LAMIR) Universidade Federal do Paraná (UFPR) por um difratômetro de Raios-X de marca Philips/Panalytical, modelo PW 1830, EMPYREAN, com detector X'Celerator de comprimento de onda monocromático $\lambda\text{CuK-}\alpha$, na faixa de $2^\circ - 70^\circ 2\theta^\circ$ no equipamento.

A técnica utilizada foi a de determinação de argilominerais por tratamento a partir da técnica do pó, com a utilização de amostras pulverizadas em um moinho pulverizador de panela AMP1-M da marca AMEF e secas a 100°C em estufa por 24 horas, obedecendo aos procedimentos do laboratório.

A interpretação dos resultados da análise de DRX das amostras levam em consideração a grande variedade de minerais, sendo possível ainda identificar a variação da intensidade dos picos mais significativos e seus componentes mais usuais contidos nos resíduos.

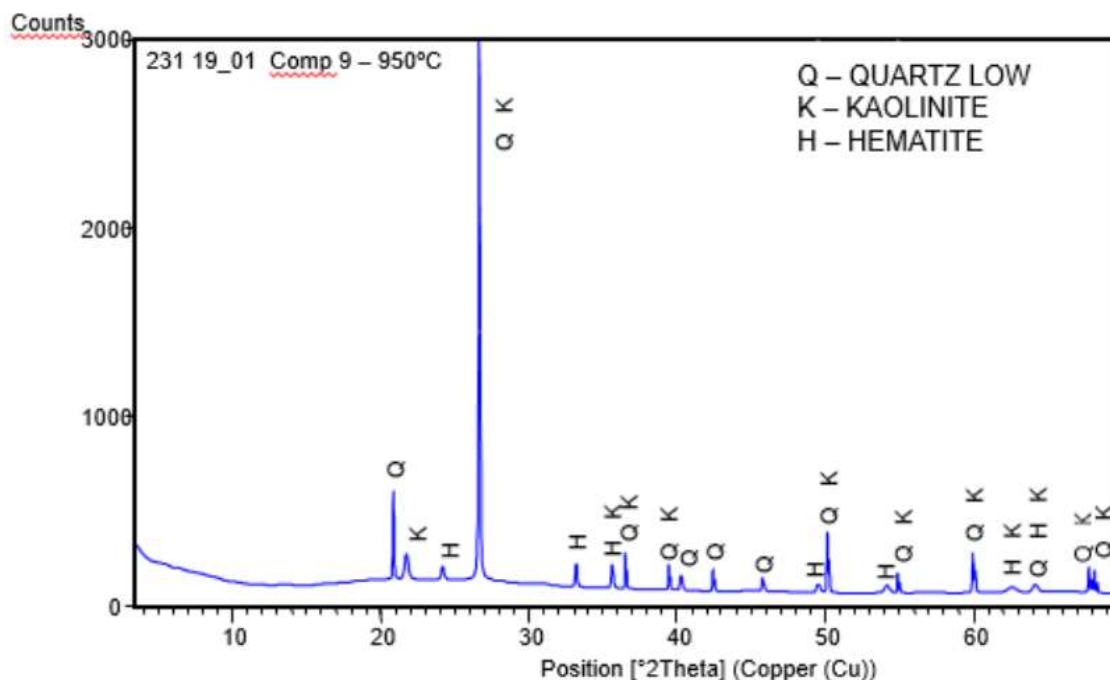
Os resultados das comparações são necessários para gerar explicações para as mudanças nas propriedades físicas e mecânicas dos materiais desenvolvidos. Conhecendo o processo de formação das estruturas, é possível direcionar as propriedades mecânicas para produzir futuros materiais de construção com propriedades pré-determinadas que obtenham os melhores resultados em uma eventual escala industrial.

Quartzo que é o segundo mineral mais abundante da terra (aproximadamente 12% em volume), perdendo apenas para o grupo dos feldspatos possui estrutura cristalina trigonal composta por tetraedros de sílica (dióxido de silício), SiO_2 , onde

cada oxigênio fica dividido entre dois tetraedros. Na construção civil, o quartzo serve de matéria prima para vários produtos (PEDROSO, 2020).

A Figura 53 apresenta a estrutura cristalina da composição 9 (nove) sinterizada a 950 °C obtida por método DRX. A composição mineralógica foi determinada através da interpretação do diagrama de Raios-X dessa figura.

Figura 53 - Difratoograma da composição 9 por DRX sinterizada a 950 °C



Fonte: (própria; 2020)

São observados um pico de baixa intensidade de quartz low (SiO_2) à 21°, caulinita e hematita (Fe_2O_3) à 22 e 23° respectivamente e vários picos minerais de hematita, caulinita e quartzo à 33, 36, 37, 39, 40, 43, 46, 49, 50, 53, 54, 59 e 60°. O pico de maior intensidade foi de quartz low (SiO_2) e Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) à 27°, como pode ser visto na Tabela 64.

Tabela 64 - Legenda do difratograma da composição 9 sinterizada à 950 °C

Minerais	Fórmula química
Quartz low	SiO_2
Hematita	Fe_2O_3
Kaolinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2(\text{OH})_4$

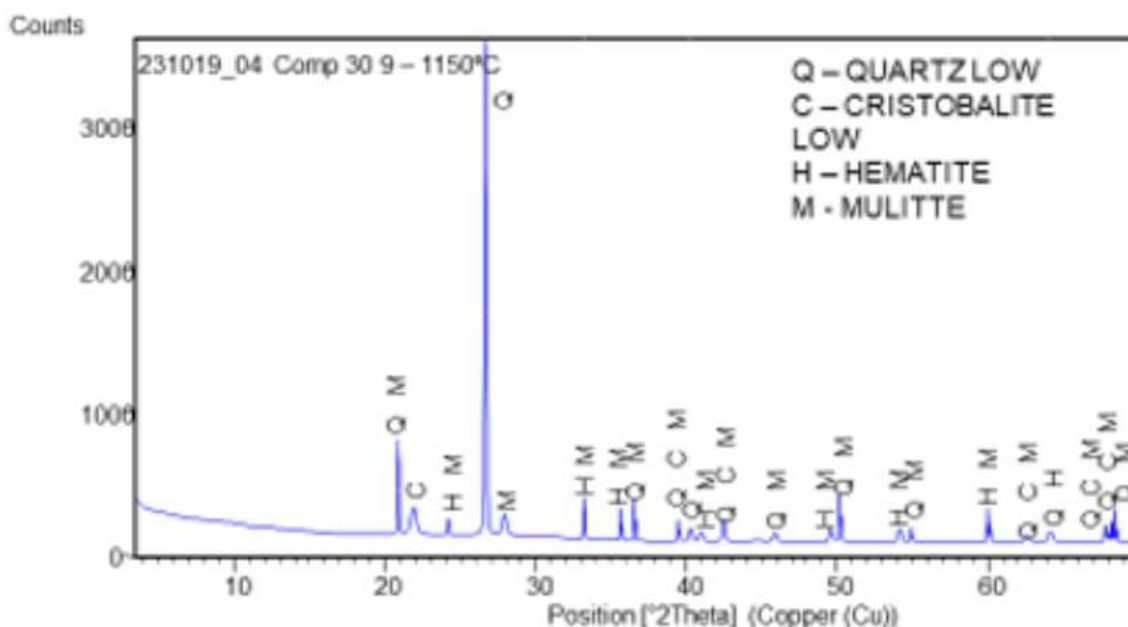
Fonte: (própria; 2020)

Os elementos identificados foram o quartzo com 76%, a hematita com 49% e a caulinita não mensurada.

4.8.1.2 Da composição 9 (nove) após sinterização a 1150 °C

A Figura 54 apresenta a estrutura cristalina da composição 9 sinterizada à 1150 °C pelo método DRX. A composição mineralógica foi determinada através da interpretação do diagrama de Raios-X dessa figura.

Figura 54 - Difratoograma da composição 9 por DRX sinterizada à 1150 °C



Fonte: (própria; 2020)

Mulite, cristobalite, hematite, quartz low, cristobalite low são as estruturas cristalinas geradas na combinação das matérias primas, sinterizadas à 1150 °C contendo alto teor de IOT (25%), responsáveis pelos altos valores do módulo de resistência à flexão e à baixa absorção de água no material cerâmico obtido.

Nessa temperatura são observados diversos picos de baixa intensidade de vários minerais como: mulita, cristobalita low e hematita. O pico de maior intensidade foi de quartzo low (SiO₂) à 27°. As fórmulas químicas e o percentual de cada um componente estão dispostos na Tabela 65.

Tabela 65 - Legenda do difratograma da Figura 54

%	Minerais	Fórmula Química
76	Quartz low	SiO ₂
61	Hematite	Fe ₂ O ₃
17	Cristobalite low	SiO ₂
Não mensurada	Mullite	Al ₂ O ₄ SiO

Fonte: (própria; 2020)

Pode-se afirmar que dadas as características do quartzo low, a estrutura formada por esse mineral mais a mulita aumentaram a resistência mecânica da placa nesta temperatura, passando de 1,68 para 8,59 MPa.

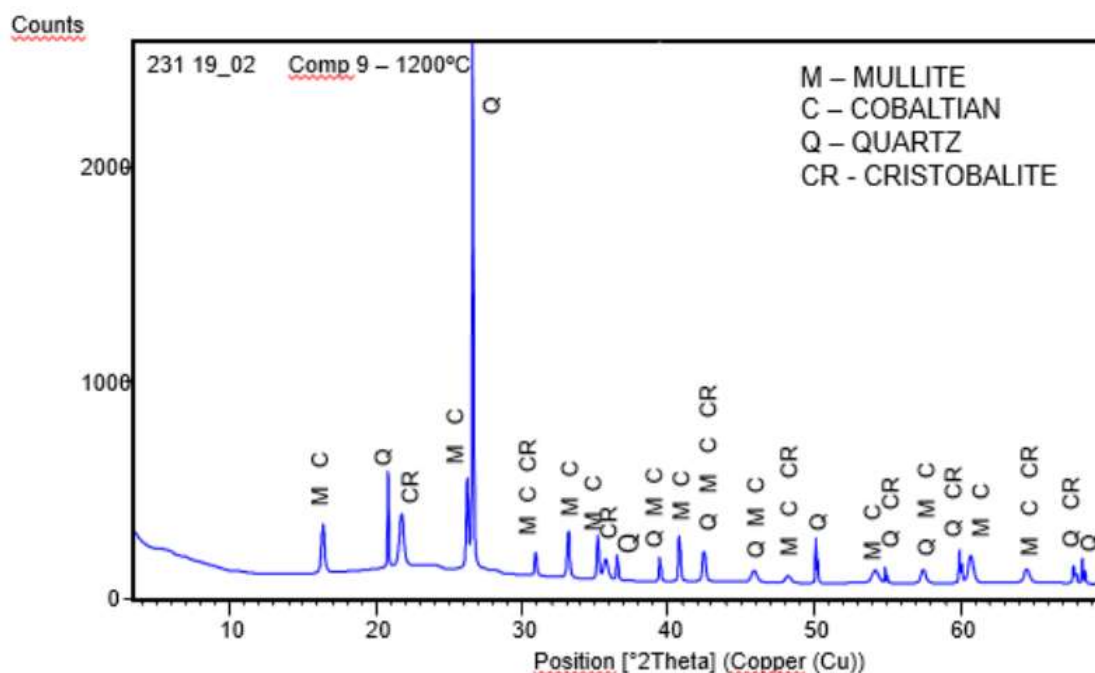
4.8.1.3 Da composição 9 (nove), sinterizada à 1200 °C

A Figura 55 apresenta a estrutura cristalina da composição 9 sinterizada 1200 °C por DRX. A composição mineralógica foi determinada através da interpretação dos picos cristalinos obtidos na difração e registrados no gráfico.

Nessa temperatura são observados diversos picos de baixa intensidade de vários minerais como: mulita e cobalto à 16°, quartzo à 21°, cristobalita à 22°. O pico de maior intensidade foi de quartzo (SiO₂) a 27°. Foram registrados ainda mulita, cobalto e cristobalita à 31°, mulita e cobalto à 33° e 35°, cristobalita à 36°, quartzo à 37°, quartzo, mulita e cobalto à 39°, mulita e cobalto à 41 e ainda quartzo, mulita, cobalto e cristobalita entre 42 e 70°.

A mulita ou porcelanita é um mineral de silicato raro formado durante o metamorfismo de contato de minerais de argila. Pode formar duas formas estequiométricas: 3Al₂O₃2SiO₂ ou 2Al₂O₃SiO₂ e estequiométricas: 3Al₂O₃2SiO₂ ou 2Al₂O₃SiO₂. A mulita é um excelente material devido a sua estabilidade em altas temperaturas, força e resistência à fluência.

Figura 55 - Difratoograma da composição 9 por DRX após sinterização a 1200 °C



Fonte: (própria; 2020)

Dióxido de silício (SiO_2) é o principal componente do quartzo, presente em todas as formações rochosas do planeta, sejam ígneas, metamórficas ou sedimentares. Essa estrutura cristalina garante altas resistências às rochas e também às estruturas cerâmicas compostas tendo-as como base principal.

Pode-se afirmar que dadas as características do quartzo, a estrutura formada por esse mineral mais a mulita aumentaram a resistência mecânica das placas nesta temperatura, passando de 1,81 a 950 °C para 9,59 MPa a 1200 °C.

Abaixo são mostrados os minerais presentes, suas fórmulas químicas e quantidades em porcentagem, conforme Tabela 66.

Tabela 66 - Legenda do difratograma da Figura 55 Figura 55

%	Mineral	Fórmula Química
67	Quartzo	SiO_2
49	Mulita e cobalto	$\text{Al}_4\text{SiO}_9 \text{Co}$
30	Cristobalita low	SiO_2

Fonte: (própria; 2020)

Ponderando-se os resultados das análises anteriormente apresentadas conclui-se que a composição 9, sinterizada a 1200°C, demonstra ter boas condições de resistência à flexão, retração linear, densidade e absorção de água. Assim, realizaram-se análises de DRX e MEV/EDS para compreender as estruturas morfológicas que se formaram após a sinterização dos CPs.

4.8.2 Estrutura Morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

MEV é um tipo de microscopia em que um feixe de elétrons focalizado varre a superfície da amostra, interagindo com a matéria, gerando diferentes tipos de sinais que podem oferecer informações sobre a morfologia e composição química do material. O princípio de funcionamento do ensaio está relacionado com a interação entre os elétrons e a matéria.

O microscópio Eletrônico de Varredura contém uma fonte geradora de um feixe de elétrons que é disparado continuamente na amostra durante o ensaio, realizando uma varredura em sua superfície. Assim, através de um detector presente no equipamento, é possível analisar as energias dos elétrons durante a interação dos mesmos com a superfície, que são interpretadas pelo equipamento e geram imagens com alta definição.

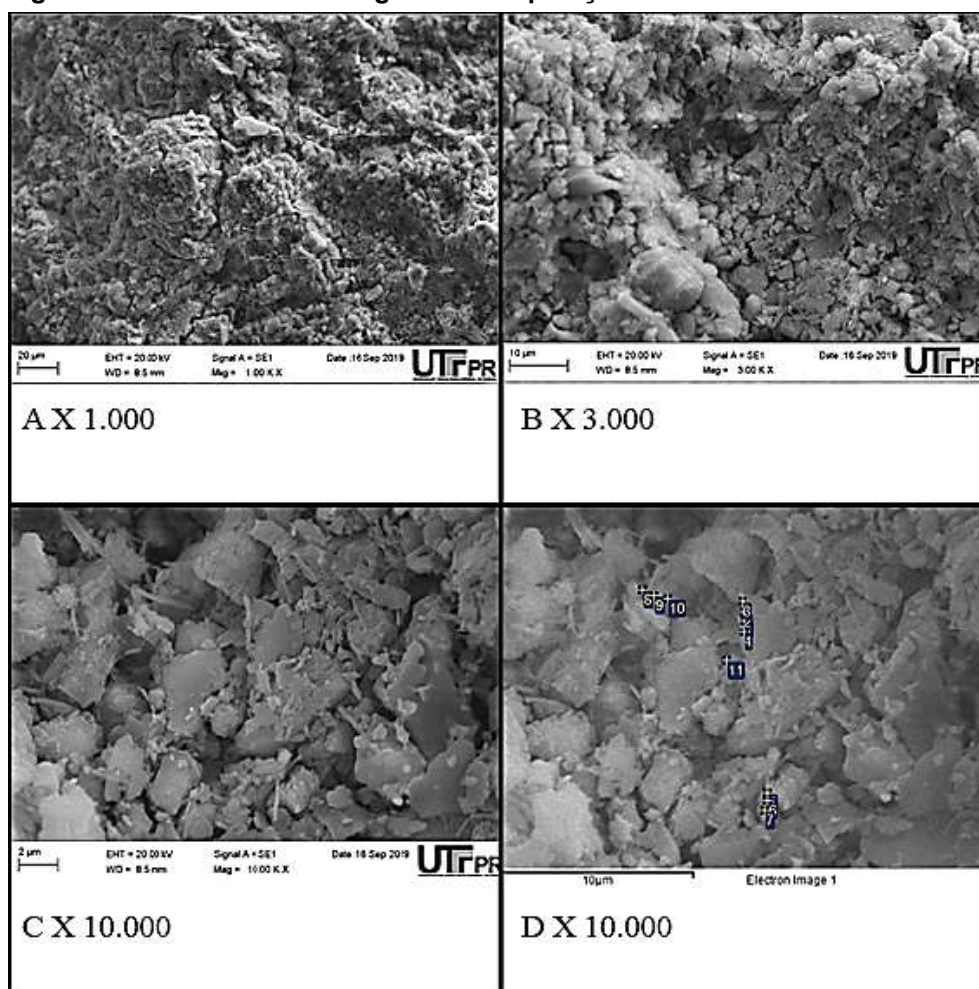
A formação das imagens no MEV pode ser dada de duas formas: através dos elétrons secundários e dos elétrons retroespalhados. As imagens geradas pelos elétrons secundários, de baixa energia, são formadas através da excitação dos elétrons da camada mais externa dos átomos das amostras pelo feixe de elétrons e são totalmente fiéis ao relevo da amostra.

Já no caso dos elétrons retroespalhados, de alta energia, a imagem formada fornece diferentes informações, pois além do contraste em função do relevo, é possível se obter contraste em função do número atômico dos elementos químicos presentes na amostra analisada, onde as regiões mais claras da imagem representam elementos químicos mais pesados.

4.8.2.1 Da composição 9 sinterizada a 950 °C

A Figura 56 apresenta a estrutura morfológica da composição 9.

Figura 56 - Estrutura morfológica da composição 9 à 950 °C



Fonte: (própria; 2020)

Além da imagem gerada pelo Microscópio Eletrônico de Varredura, outra técnica é bastante utilizada de forma acoplada ao microscópio, a Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), que permite detectar elementos químicos na superfície da amostra.

Para essa análise, é acoplado ao MEV um analisador de Raios-X, para que as frequências da radiação liberadas no espectro do Raio-x sejam analisadas.

O princípio desse ensaio é baseado na análise dos fótons liberados pelos átomos da amostra quando o feixe de elétrons do equipamento se choca com a sua superfície. Isso é possível, pois cada elemento químico libera fótons com frequências específicas. Os resultados são apresentados na forma de um espectro de energia versus intensidade relativa dos picos.

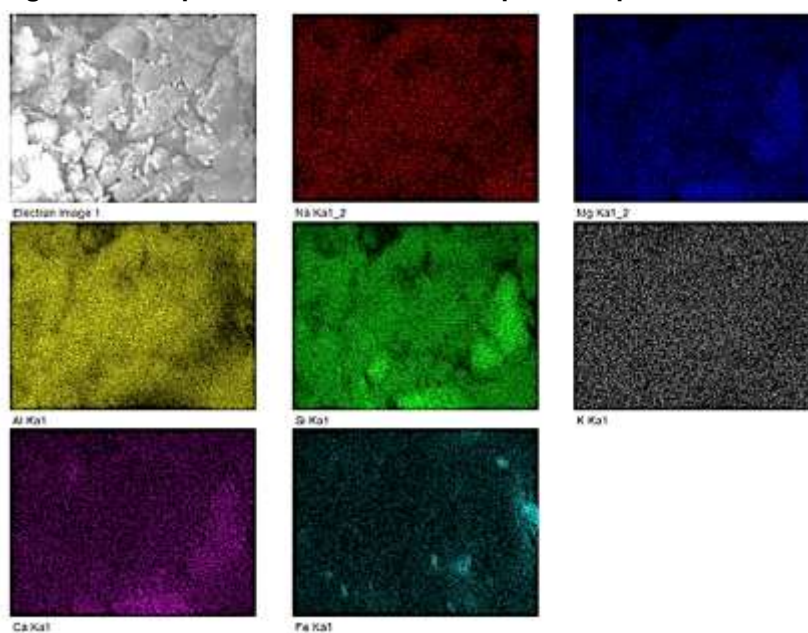
Nas fotomicrografias da Figura 56A com ampliação de 1000 vezes é possível observar um aglomerado mal compactado de partículas menores ou iguais a 1μ , muito

porosa e com uma trinca no centro, decorrente do aquecimento, indicando que o material particulado ainda não reagiu para formar um corpo sólido. A Figura 56B ampliada em três mil vezes demonstra praticamente a mesma coisa, com conglomerados de partículas um pouco maiores em torno de 10 a 15 μm , devido à ampliação da fotomicrografia, porém demonstra um aglomerado de partículas que não reagiu quimicamente ainda devido à baixa temperatura. O mesmo pode-se verificar na Figura 56C onde podem ser vistos os componentes das misturas isoladamente em tamanhos que variam entre 2,5 e 5 μm e outros maiores dispersos na massa medindo de 5 a 10 μm .

Foram selecionadas áreas da amostra da Figura 56D para obter-se a composição microquímica superficial das placas pelo método de EDS.

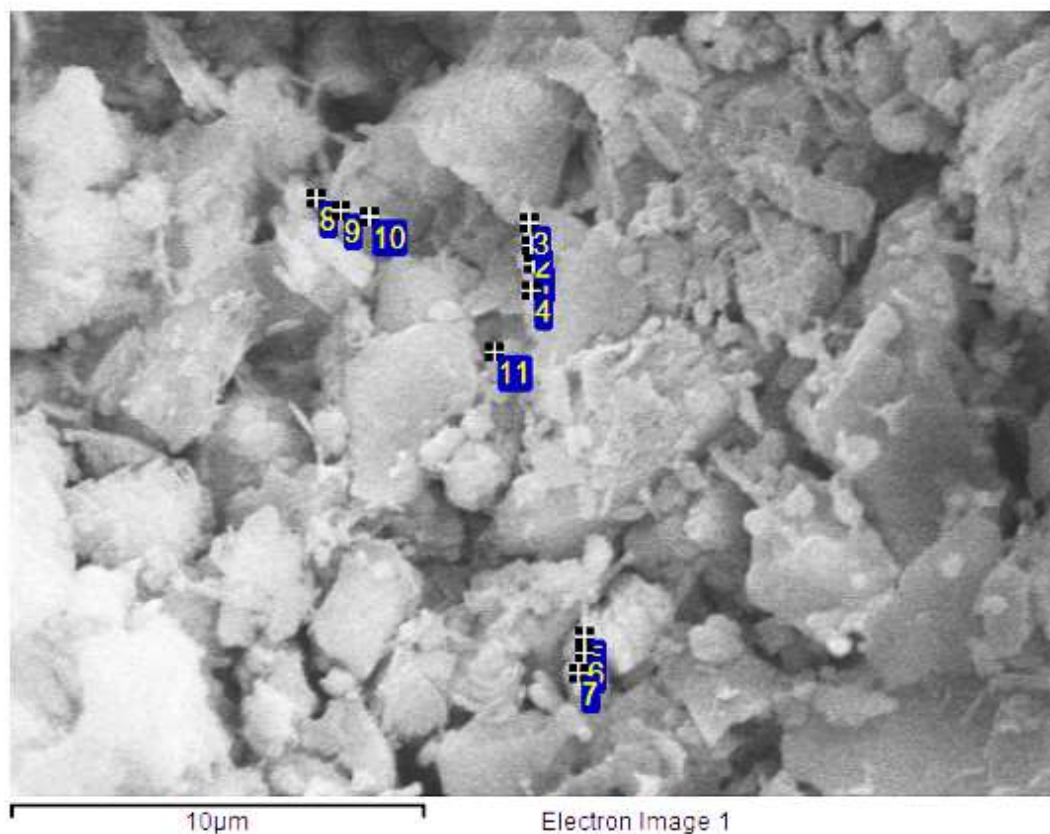
Os elementos químicos dos pontos de 1 a 11 da Figura 56D, mapeados por EDS são apresentados em diferentes cores conforme Figura 57.

Figura 57 - Mapeamento de elementos químicos por EDS



Fonte: (própria; 2020)

Figura 58 - Fotomicrografia contendo pontos marcados por EDS



Fonte: (própria; 2020)

A Tabela 67 apresenta os elementos químicos contidos bem como seus percentuais. A área de investigação da Figura 58 abrange os pontos sequenciais (1 a 11) e representam a composição pontual em que se realizaram as análises microquímicas por EDS.

Tabela 67 - Composição microquímica da composição 9 à 950 °C

Pontos	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Total
1	1,75		37,14	56,90	1,03	1,07	2,11	100,00
2	1,51		38,03	55,77	1,14	1,03	2,52	100,00
3	1,58		38,17	77,36	1,33	1,10	2,45	100,00
4	1,87		37,49	57,12	1,03	0,95	1,54	100,00
5	1,41	1,29	30,26	59,18	0,62	4,47	2,77	100,00
6	1,32	1,44	29,29	59,90	0,61	4,80	2,63	100,00

Pontos	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Total
7	1,07	1,64	26,80	61,34	0,67	6,18	2,29	100,00
8	1,73		36,13	57,88	1,15	1,22	1,88	100,00
9	1,86		36,42	58,05	0,95	1,17	1,54	100,00
10	2,07		37,06	57,34	1,09	0,98	1,47	100,00
11	1,87		37,07	57,93	0,94	0,82	1,36	100,00
Máx.	2,07	1,64	38,17	61,34	1,33	6,18	2,77	
Min.	1,07	1,29	26,80	55,36	0,61	0,82	1,36	

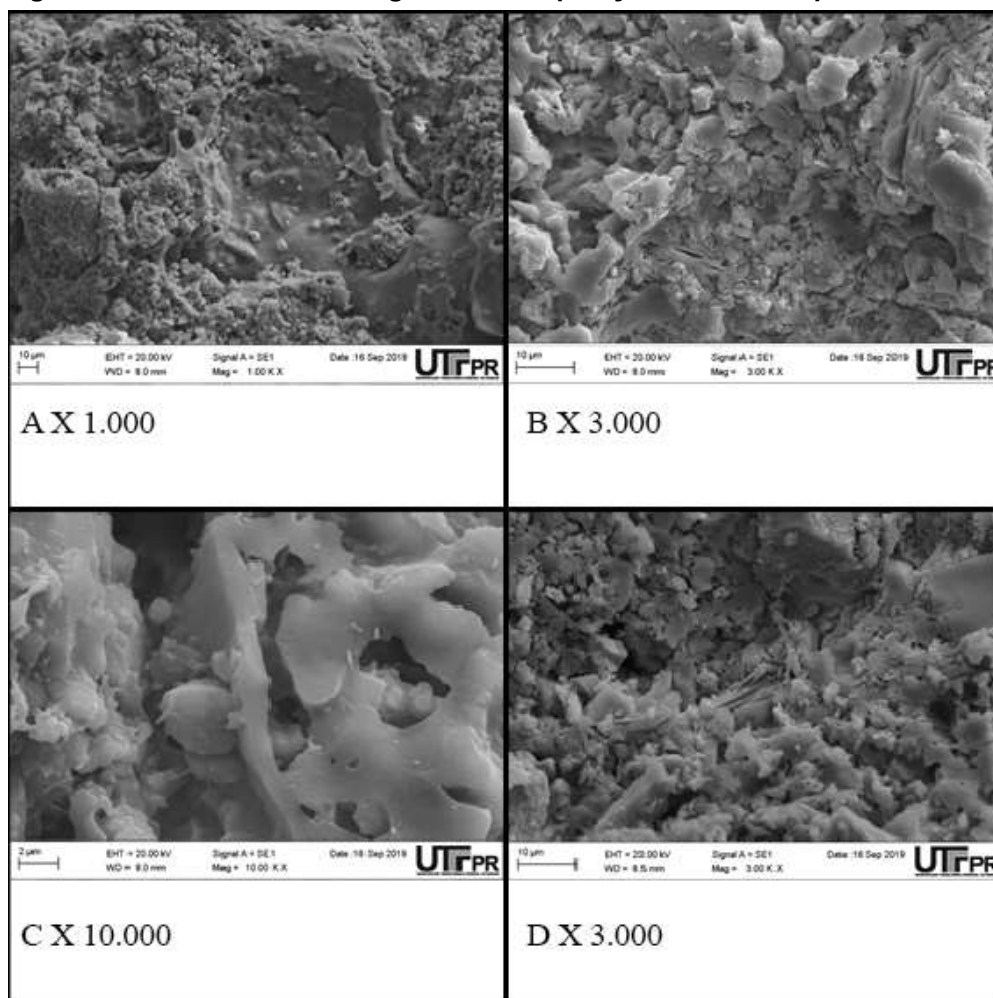
Fonte: (própria; 2020)

Na comparação entre os pontos 1 a 11, observa-se que há semelhança nos teores de Al e Si. Nos pontos 5, 6 e 7, apresenta-se o magnésio em teores bem menores. Os menores valores encontrados estão em Magnésio (Mg) com percentuais de 1,29 e 1,64%. Os elementos em maior quantidade nos pontos 1-11, que são alumínio e sílica, com percentuais de até 95,95% caracterizam um material não cristalino já identificado pela DRX como sendo o *quartz low* e a caulinita. O *quartz low* posteriormente com o aumento da temperatura, aumentando a solidificação (entre 1150 °C e 1200°C) transformar-se-á no quartzo puro ou quartzo propriamente dito, transformação essa que aumentará em muito a resistência mecânica da composição.

4.8.2.2 Da composição 9 sinterizada a 1150 °C

A Figura 59 apresenta a estrutura morfológica da composição 9 (nove) sinterizada a 1150 °C, verificadas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e da espectrometria de energia dispersiva (EDS).

Figura 59 - Estruturas morfológicas da composição 9 à 1150 °C por MEV



Fonte: (própria; 2020)

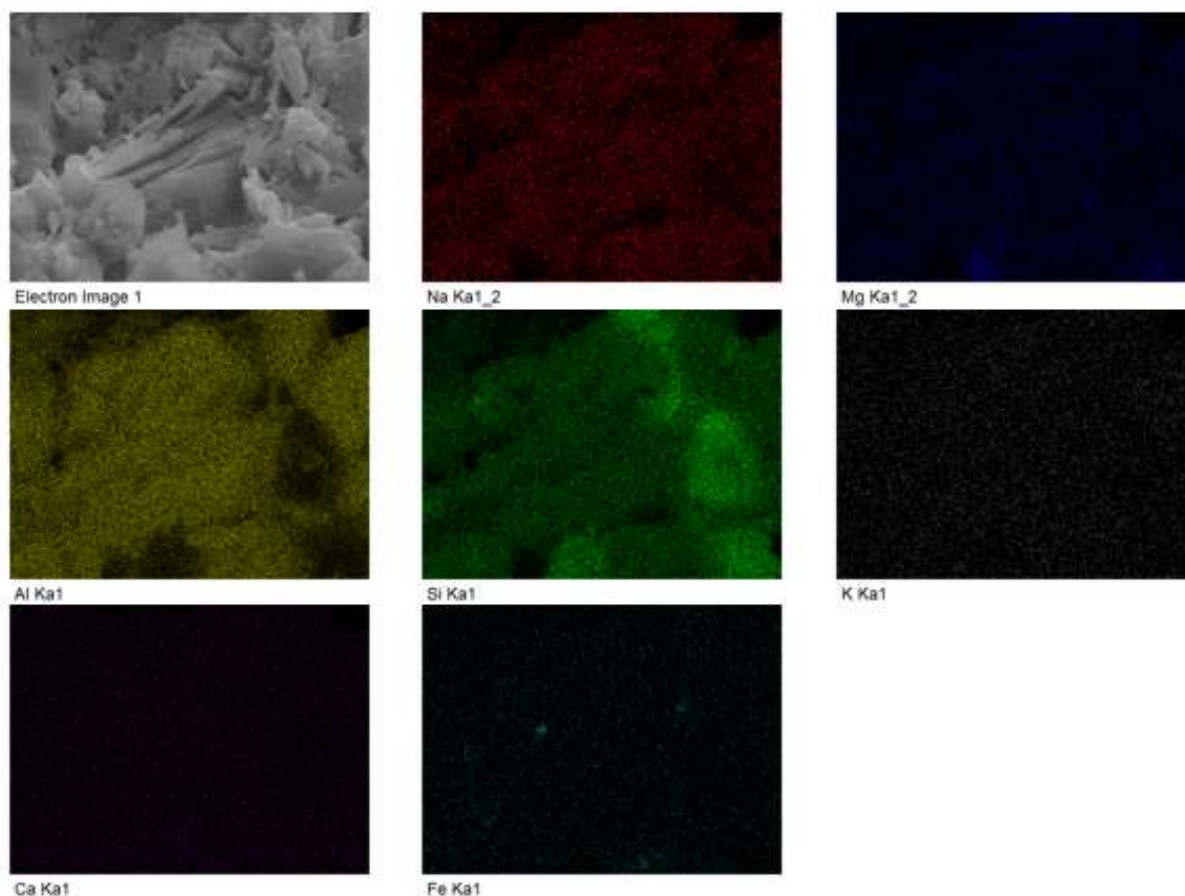
Nas fotomicrografias da Figura 59A ampliada com ampliação de 1000 vezes é possível observar uma formação compacta no centro de dimensões aproximadas de 100 μ m, contendo sobre ela e no seu entorno partículas arredondadas de dimensões aproximadas de 10 μ m. Na Figura 59B e Figura 59D, ampliada em 3000 vezes, é possível enxergar várias partículas sólidas lamelares de 20 e 25 μ m e octaédricas de 1 e 6 μ m. A superfície apresenta-se assimétrica, com elementos agregados e regiões que apresentam a ocorrência de fusão, apresentando predominância de formas arredondadas e superfície ondulada. Há presença de poros, que ocorrem em razão da liberação de gases, demonstrando a permeabilidade da cerâmica, o que corrobora com os resultados das análises de absorção de água.

A fotomicrografia da Figura 59C ampliada em 10.000 vezes apresenta corpos sinterizados em formato circulares e lamelares com dimensões variando entre 200 e

500 μm . Presença de poros, que ocorrem em razão da liberação de gases, demonstrando a permeabilidade da cerâmica, o que corrobora com os resultados das análises de absorção de água obtidas nos ensaios.

A Figura 60 mostra os elementos químicos mapeados por EDS.

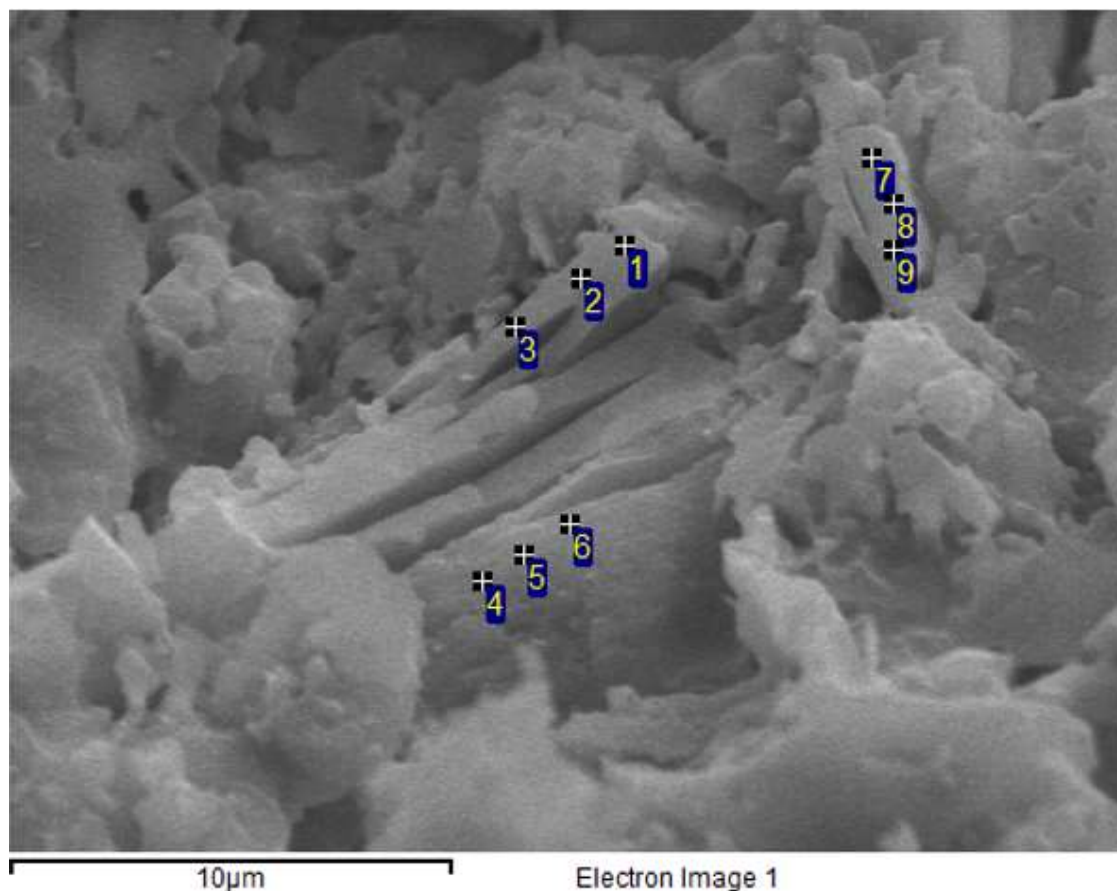
Figura 60 - Mapeamento dos elementos químicos em cores por EDS



Fonte: (própria; 2020)

A Figura 61 destaca os pontos mapeados pelo EDS sobre os quais pode-se concluir pelas composições químicas de cada ponto.

Figura 61 - Fotomicrografia contendo pontos mapeados por EDS



Fonte: (própria; 2020)

As topografias demonstradas na Figura 61 apresentam características de um corpo cerâmico sinterizado formato lamelar com aproximadamente 20µm, com predominância de formações octaédricas aderidas à superfície. Os octaedros observados na Figura 61 possuem entre 5 e 10 µm. São observadas também regiões de superfície lisa, com cantos arredondados, caracterizando a fusão do material.

Foram selecionadas áreas da amostra da Figura 61 para obter a composição microquímica superficial por método de EDS. A Tabela 68 representa a área de investigação da composição microquímica e os pontos sequenciais (1 a 9) representam a composição pontual em que se realizaram as análises microquímicas por EDS.

Tabela 68 - Composição química nos pontos analisados na Figura 61

Resultado da análise MEV/EDS na área da Figura 61 nos pontos de 1 a 9								
Pontos	Análise química dos pontos 1 - 9 (%)							
	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Total
1	2,51	0,34	34,05	58,94	0,96	1,19	2,01	100,00
2	2,44	-	35,62	57,48	1,14	1,39	1,92	100,00
3	2,66	0,36	35,62	56,89	1,05	1,55	1,86	100,00
4	2,37	0,30	36,85	56,31	0,94	1,51	1,73	100,00
5	2,47	0,37	36,25	56,69	1,13	1,45	1,64	100,00
6	2,70	-	36,44	56,62	0,99	1,44	1,81	100,00
7	2,28	0,35	33,96	58,97	0,91	1,24	2,29	100,00
8	2,22	-	34,09	59,11	1,00	1,34	2,24	100,00
9	2,01	-	31,63	61,70	1,02	1,18	2,46	100,00
Máximo	2,70	0,37	36,85	61,70	1,14	1,55	2,46	
Mínimo	2,01	0,30	31,63	56,31	0,91	1,18	1,64	

Fonte: (própria; 2020)

Os óxidos predominantes na composição 9, sinterizados à 1150° são em média de silício (59,01%), o de alumínio (34,24%), o de sódio (2,51%) e o de ferro (2,05%). Seguidos de cálcio (1,37%), potássio (1,03%) e magnésio (0,34%). Com base na composição química, conclui-se que a soma de 7,30% de CaO, K₂O, MgO, Na₂O e FeO deve contribuir para a formação de fase líquida durante a sinterização dos CPs, e a soma de 93,25% de óxido de alumínio e de Silício deve contribuir para a resistência da cerâmica.

4.8.3 Composição Mineralógica

4.8.3.1 Da composição 30 após sinterização à 950 °C

As mudanças mineralógicas durante a queima em temperaturas já indicadas foram determinadas por difração de Raios-X (DRX) no Laboratório de Mineralogia

(LAMIR) Universidade Federal do Paraná (UFPR) por difratômetro de Raios-X de marca Philips/Panalytical, modelo PW 1830, EMPYREAN, com detector X'Celerator de comprimento de onda monocromático $\lambda_{\text{CuK-}\alpha}$, na faixa de 2° – 70° $2\theta^\circ$ no equipamento. A técnica utilizada foi a de determinação de argilominerais por tratamento a partir da técnica do pó, com a utilização de amostras pulverizadas em um moinho de disco, de marca AMEF, e secas a 100°C em estufa por 24 horas por procedimentos do laboratório.

A interpretação dos resultados da análise de DRX das amostras leva em consideração a variedade de minerais, sendo possível ainda identificar a variação da intensidade dos picos mais significativos e seus componentes mais usuais contidos nos resíduos.

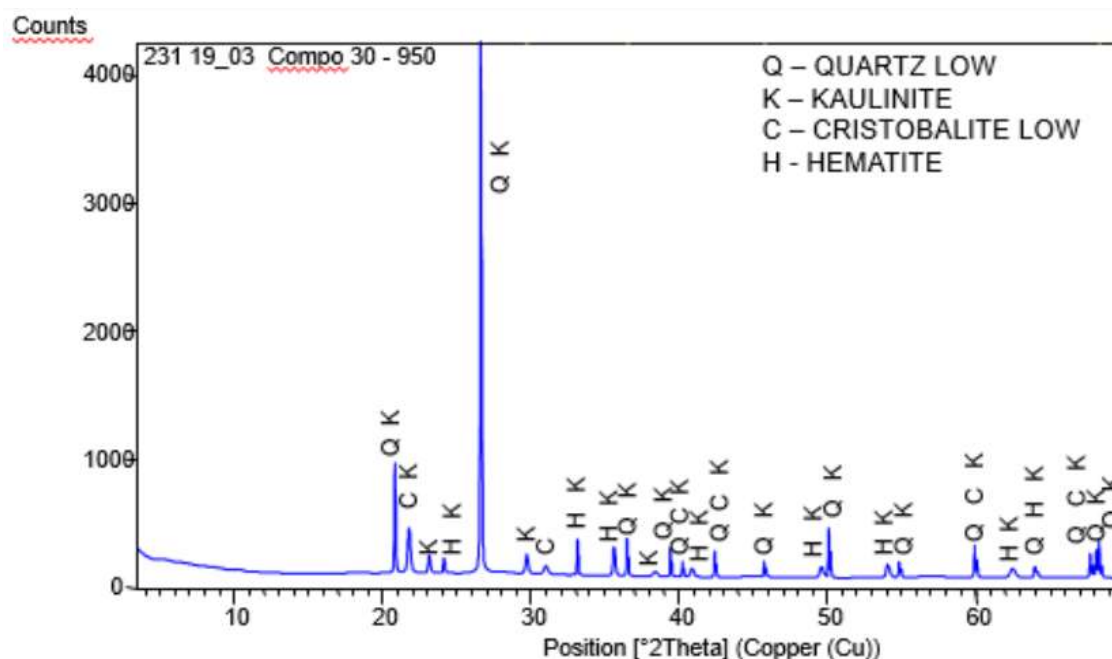
Os resultados das comparações são necessários para gerar explicações para as mudanças nas propriedades mecânicas dos materiais desenvolvidos. Conhecendo o processo de formação das estruturas, é possível direcionar as propriedades mecânicas para produzir futuros materiais de construção com propriedades pré-determinadas que obtenham os melhores resultados em uma eventual escala industrial.

Quartzo que é o segundo mineral mais abundante da terra (aproximadamente 12% em volume), perdendo apenas para o grupo dos feldspatos. Possui estrutura cristalina trigonal composta por tetraedros de sílica (dióxido de silício), SiO_2 , onde cada oxigênio fica dividido entre dois tetraedros. Na construção civil, o quartzo serve de matéria prima para vários produtos (Pedroso, 2020).

A estrutura cristalina da composição 30 em cuja composição da matéria-prima corresponde 25% de IOT e apenas 15% de caolim, ou seja, uma composição que busca reaproveitar ao máximo o rejeito da mineração de ferro (lodo de Mariana-MG) foi sinterizada à 950°C pelo método DRX.

A composição mineralógica foi determinada através da interpretação do diagrama de Raios-X da Figura 62.

Figura 62 - Difratoograma da composição 30 após sinterização a 950°



Fonte: (própria; 2020)

Nessa temperatura são observados um pico de média intensidade de quartz low (SiO_2) à 21°, transição para o quartzo comum no resfriamento, sendo que todo quartzo comum quando aquecido acima da temperatura de transição é transformado em quartzo. A transformação envolve o deslocamento da ligação entre os tetraedros sem nenhum vínculo quebrado, caulinita e cristobalita à 22° respectivamente e vários picos minerais de hematita, caulinita e quartzo à 23, 24, 30, 31, 34, 37, 38, 39, 40, 42, 45, 49, 50, 54, 55, 60, 63, 64, 67, 68 e 69° respectivamente. O pico de maior intensidade foi de quartz low (SiO_2) e Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) à 27°.

Tabela 69 - Legenda do difratograma da Figura 62

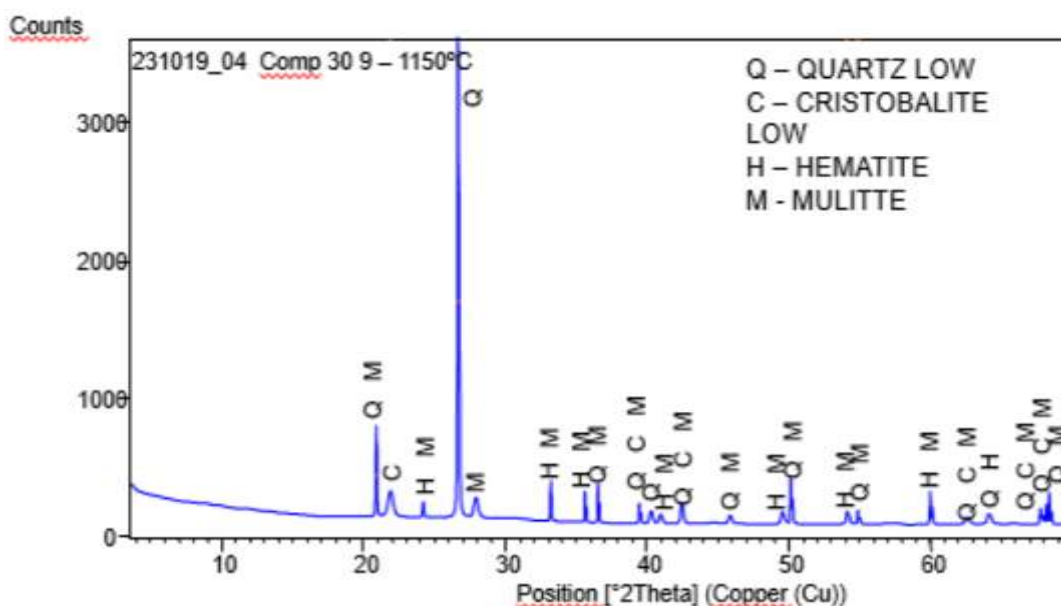
%	Mineral	Fórmula Química
75	Quartzo low	Si O_2
57	Hematita	$\text{Fe}_2 \text{O}_3$
24	Cristobalita low	Si O_2
Não comparável	Kaolinita	$\text{Al}_2 \text{Si}_2(\text{OH})_4$
Não comparável	Kaolinita	$\text{Al}_{14}\text{Si}_4(\text{OH})_1$

Fonte: (própria; 2020)

4.8.3.2 Da composição 30 após sinterização à 1150 °C

A Figura 63 apresenta a estrutura cristalina da composição 30 sinterizada à 1150 °C pelo método DRX. A composição mineralógica foi determinada através da interpretação do diagrama de Raios-X dessa figura.

Figura 63 - Difratoograma da composição 30 após sinterização a 1150 °C



Fonte: (própria; 2020)

A Figura 63 apresenta a estrutura cristalina da composição 30. A composição mineralógica foi determinada pela interpretação do diagrama de Raio-X.

Nessa temperatura são observados diversos picos de baixa intensidade de vários minerais como: quartzo low, mulita, cristobalita low, hematita distribuídos no diagrama à 22, 24, 28, 33, 35, 36, 39, 40, 41, 43, 46, 49, 50, 54, 55, 60, 63, 67 e 68°. À 21° ocorreu um pico intermediário significativo de quartzo e mulita. O pico de maior intensidade foi o de quartzo (SiO_2) a 27°.

A mulita ou porcelanita é um mineral de silicato raro formado durante o metamorfismo de contato de minerais de argila. Pode formar duas formas estequiométricas: $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ ou $2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$ e estequiométricas: $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ ou $2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot \text{SiO}_2$. É um excelente material devido sua estabilidade em altas temperaturas.

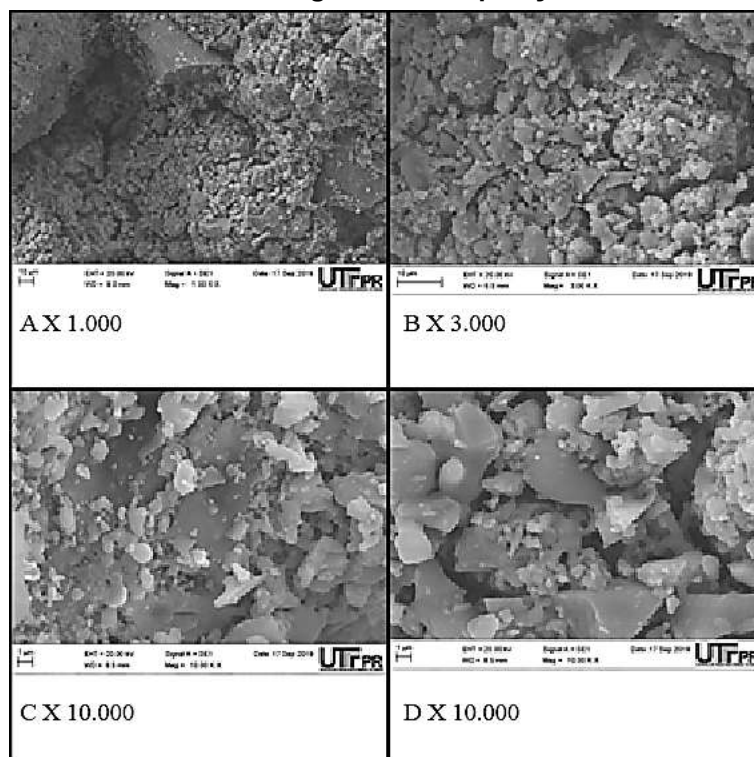
Tabela 70 - Legenda do difratograma da Figura 63

%	Mineral	Fórmula Química
76	Quartz low	Si O ₂
61	Hematite	Fe ₂ O ₃
17	Cristobalite low	Si O ₂
Não comparável	Mullite	Al ₂ O ₄ SiO
Não comparável	Mullite	Al ₂ O ₄ SiO

Fonte: (própria; 2020)

4.8.4 Estrutura Morfológica

4.8.4.1 Da composição 30 sinterizada a 950 °C

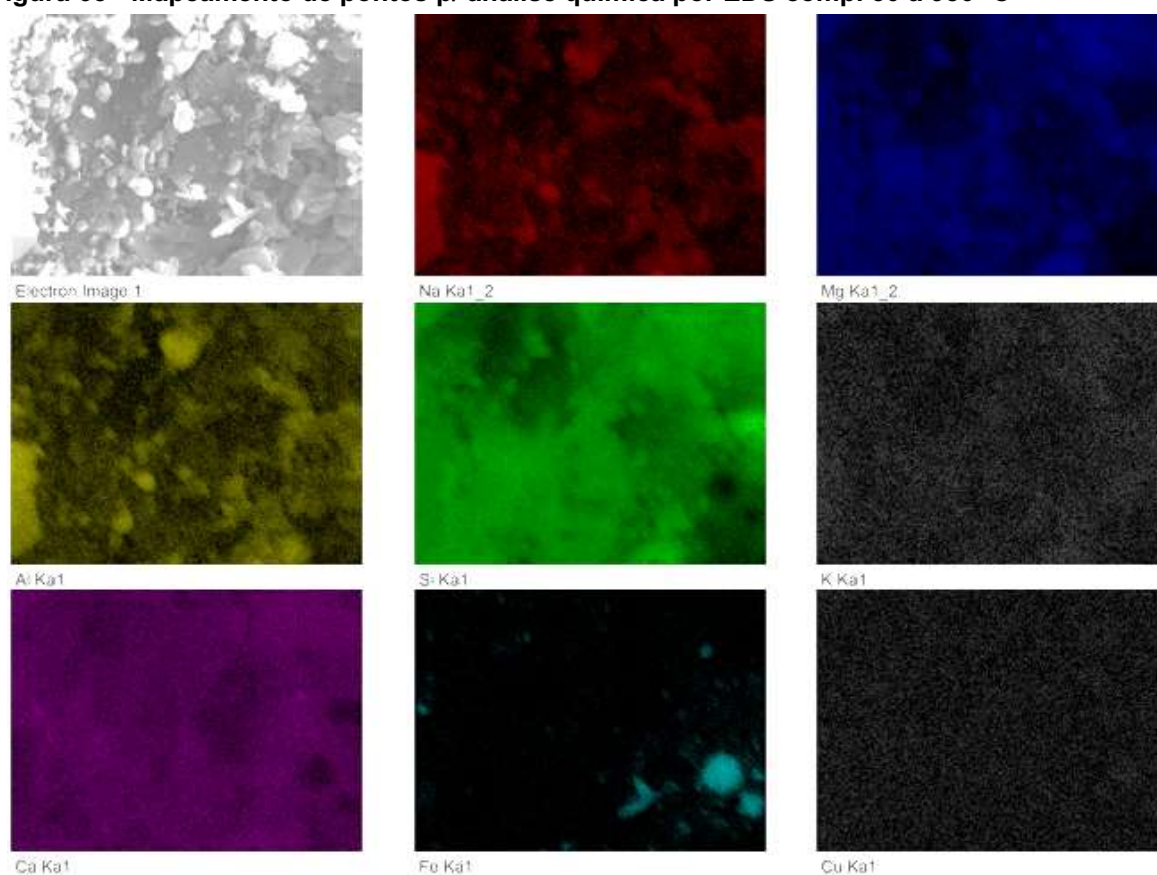
Figura 64 - Estruturas morfológicas da composição 30 à 950 °C

Fonte: (própria; 2020)

Nas fotomicrografias da Figura 64A ampliada de 1000 vezes é possível observar um aglomerado mal compactado de partículas menores ou iguais a 10 μ em torno de um pequeno corpo sólido rugoso, de dimensões aproximadas de 30 x 20 x

10 μ m, indicando-nos que com no aquecimento, o material particulado começa reagir para formar um grande corpo cerâmico sólido, que poderá ocorrer em temperaturas mais elevadas. A Figura 64B ampliada em três mil vezes demonstra naquele ponto que particulados menores que 10 μ m ainda não reagiram para formar corpos sólidos, apresentando grande número de poros. Na Figura 64C, pode-se observar corpos sólidos lisos, característicos de material cerâmico recobertos por material particulado semelhantemente ao que pode ser observado na Figura 64D na qual pode-se perceber grandes volumes de poros. Os elementos químicos foram mapeados por EDS em cores conforme apresentado na Figura 65.

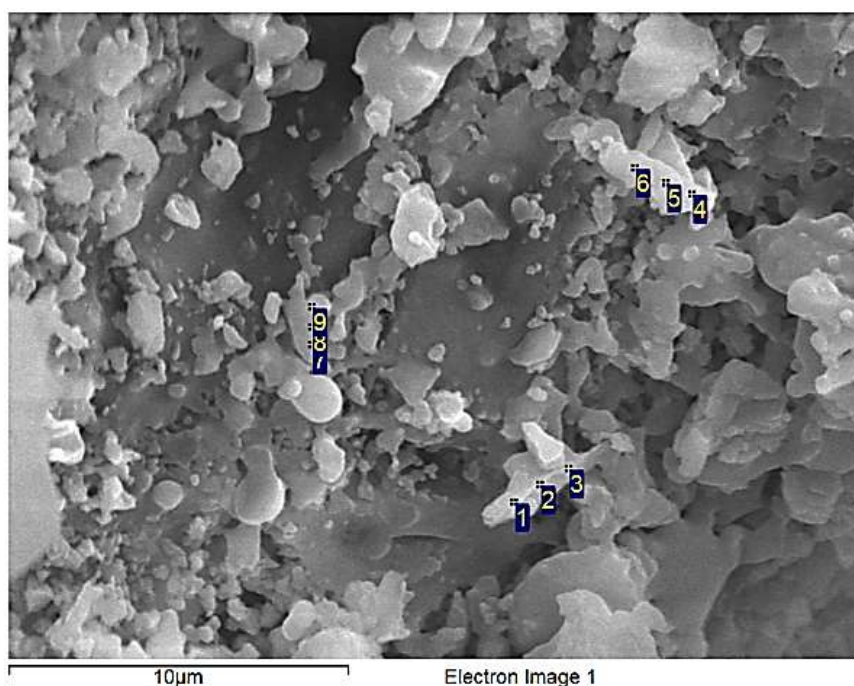
Figura 65 - Mapeamento de pontos p/ análise química por EDS comp. 30 à 950 °C



Fonte: (própria; 2020)

A Figura 66 destaca os pontos onde foram verificadas as composições químicas.

Figura 66 - Pontos do mapeamento da Figura 65



Fonte: (própria; 2020)

Tabela 71 - Composição química nos pontos analisados na Figura 66

Pontos	C	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Cr	Fe	Cu	Ce	Total
1		51,9	2,68	0,92	3,58	21,62	0,24	2,26		16,32	0,49		100,00
2	10,37	45,87	2,13	0,67	3,02	15,12		1,89		20,51	0,43		100,00
3		51,42	2,79	1,00	3,83	29,94	0,22	24,47		5,82	0,50		100,00
4		53,96	1,53	1,52	2,38	32,83	0,33	4,25		2,78	0,42		100,00
5	6,27	48,03	1,50	1,56	2,11	34,23	0,26	3,97		2,07	0,00		100,00
6		42,09	1,26	1,95	2,05	41,37	0,28	4,89		4,02	0,57	1,52	100,00
7	17,76	57,95	2,09	1,07	2,35	21,25		1,93	0,28	1,98	0,34		100,00
8	9,87	53,72	0,9	0,92	0,95	29,51		2,62	0,24	0,93	0,34		100,00
9	9,78	53,75	0,74	0,78	0,98	29,9		3,05		1,01			100,00
Máximo	10,76	57,95	2,79	1,95	3,83	41,37	0,33	4,89	0,28	20,51	0,57	1,52	
Mínimo	6,27	42,09	0,74	0,67	0,95	15,12	0,22	1,89	0,24	0,93	0,00	1,52	

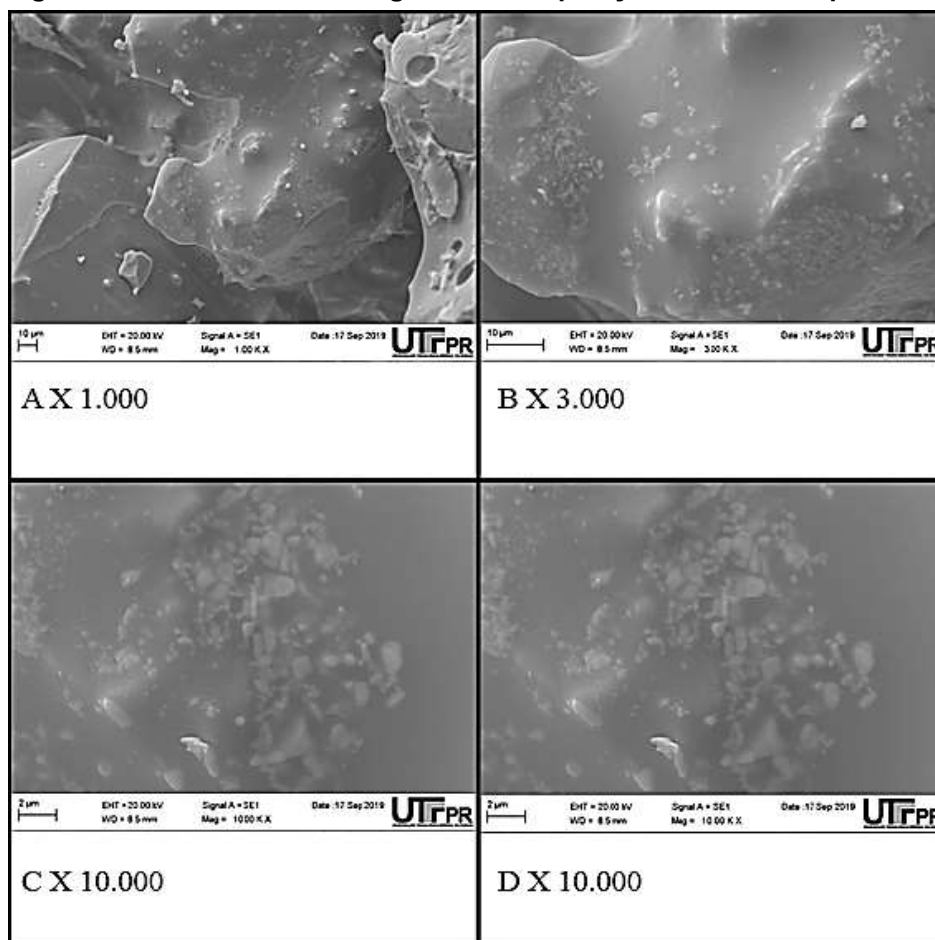
Fonte: (própria; 2020)

Com base no método EDS na Figura 66 e na Tabela 71, não foi possível identificar a existência de formas cristalinas, pois a variação da composição química nos diferentes pontos e área total é alta. Todos os pontos de 1 a 9 apresentam valores mais ou menos uniformes de sílica e oxigênio, podendo indicar o surgimento de uma estrutura cristalina embrionária como o quartzo.

4.8.4.2 Da composição 30 sinterizada a 1150 °C

As estruturas morfológicas das composições foram verificadas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e da espectrometria de energia dispersiva (EDS).

Figura 67 - Estruturas morfológicas da composição 30 à 1150 °C por MEV

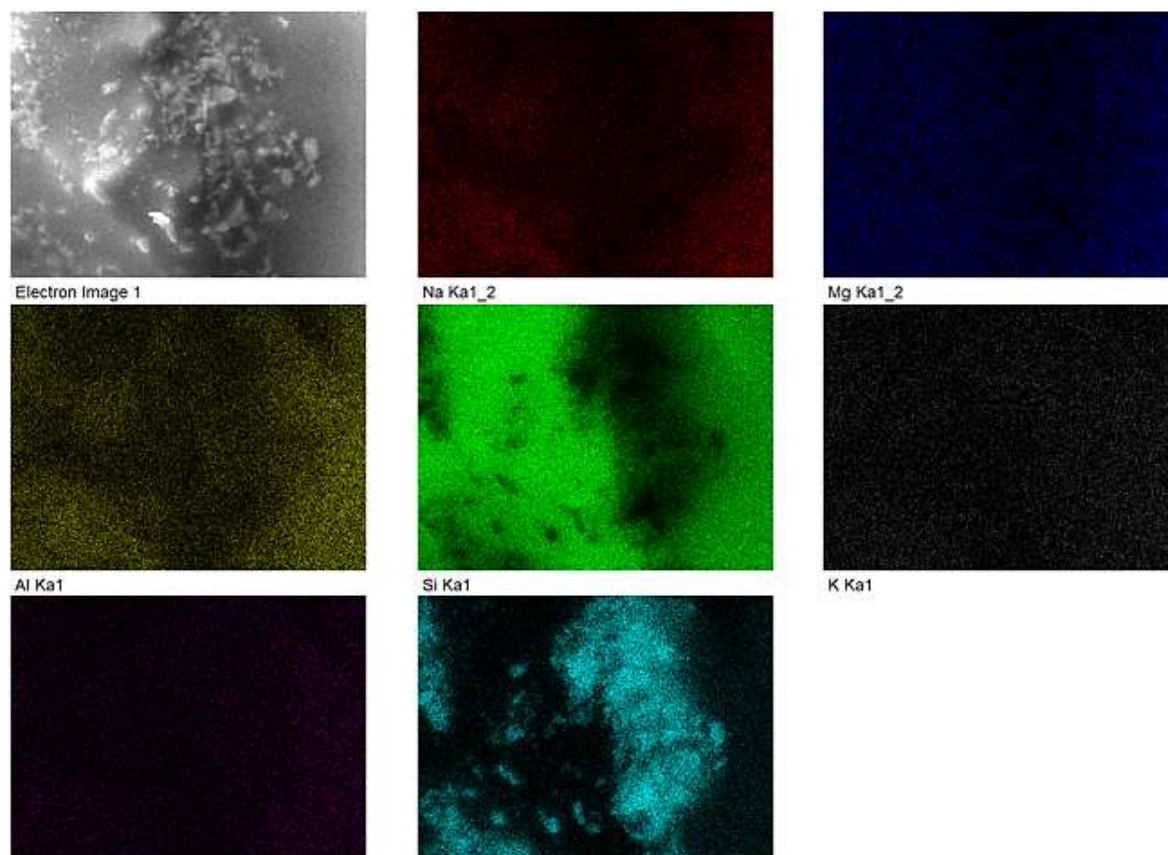


Fonte: (própria; 2020)

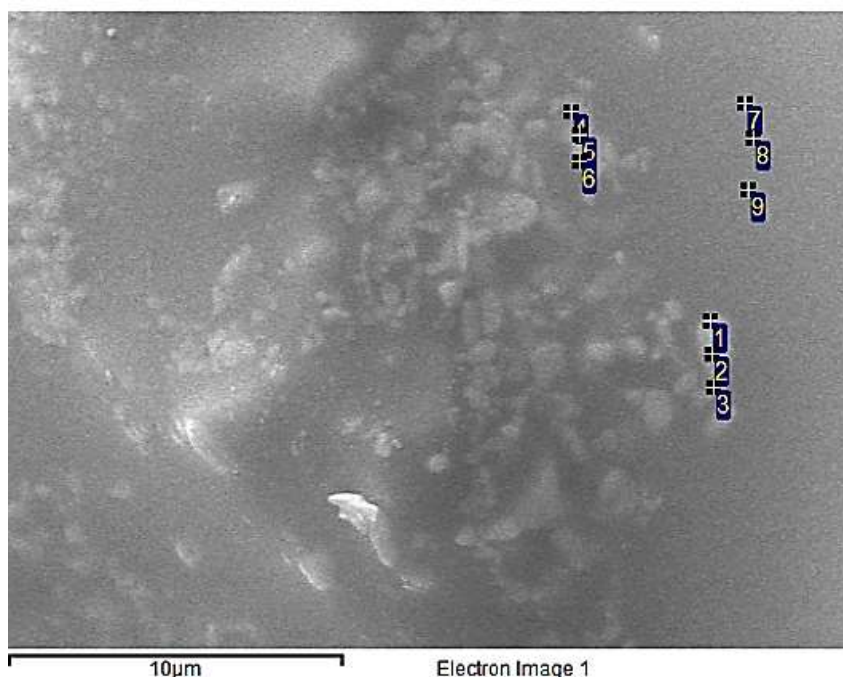
Na Figura 67A, ampliada em 1.000 vezes, observa-se um corpo sólido de superfície lisa e arredondada com dimensões aproximadas de 100 μ m, características de um material que passou por um processo de sinterização. Acredita-se que a formação de estruturas rígidas e fundidas, seja a base de todo o corpo cerâmico, promovendo resistência aos corpos de prova. Pode ser observado que este corpo poroso apresenta poucos poros, razão pela qual a absorção de água está baixa nessa composição (5,48%), dentro de faixas recomendadas pelas normas técnicas (ABNT). A Figura 67B ampliada de 3.000 vezes apresenta também o corpo sólido liso e arredondado de dimensões ainda maiores que a Figura 67A.

As Figuras 67C e 67D ampliadas de 10.000 vezes também apresentam o corpo sólido e liso de dimensões similares às anteriores contendo eventuais impurezas no seu entorno, detectadas na análise química por EDS, no mapeamento da Figura 68 e da Figura 69, com os elementos químicos apresentados na Tabela 72.

Figura 68 - Mapeamento de pontos para análise química por EDS DA Figura 67



Fonte: (própria; 2020)

Figura 69 - Pontos da análise química por EDS da Figura 68

Fonte: (própria; 2020)

É considerado cristal, quando a partícula é sólida e possui ordem interna tridimensional, que em condições favoráveis pode manifestar-se externamente por superfícies planas e lisas. Com a distribuição regular das partículas elementares de uma estrutura cristalina apresenta uma homogeneidade periódica, quanto a distribuição de suas partículas elementares (PEDROSO, 2020).

Cristal é um sólido no qual os constituintes, sejam eles átomos, moléculas ou íons, estão organizados em um padrão tridimensional bem definido, que se repete no espaço, formando uma estrutura com uma geometria específica.

Em química e mineralogia, cristal é uma forma da matéria onde as partículas constituintes estão agregadas regularmente, criando uma estrutura cristalina que se manifesta macroscopicamente por assumir a forma externa de um sólido de faces planas regularmente arranjadas, em geral com elevado grau de simetria tridimensional (CALLISTER, 2002).

Tabela 72 - Composição química por EDS nos pontos da Figura 69

Pontos	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Total
1	4,89	0,81	5,70	39,99	0,52	1,02	47,06	100,00
Pontos	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Fe	Total
2	3,22	0,74	4,87	32,20	0,42	0,80	57,75	100,00
3	4,13	0,80	6,24	48,11	0,73	1,34	38,65	100,00
4	3,16	0,62	4,43	29,15	0,39	0,65	61,60	100,00
5	2,97	0,53	3,22	18,71		0,49	74,09	100,00
6	3,01		3,50	19,89	0,37	0,48	72,74	100,00
7	2,03		2,39	91,36		0,65	3,58	100,00
8	2,69	0,46	3,30	87,42		1,05	5,09	100,00
9	4,06	1,12	6,77	75,88	0,95	2,21	9,01	100,00
Máximo	4,89	1,12	6,77	91,36	0,95	2,21	74,09	
Mínimo	2,03	0,46	2,39	18,71	0,37	0,48	3,58	

Fonte: (própria; 2020)

A composição química nos pontos 7,8 e 9 é praticamente igual em termos de percentual de sílica (91,36; 87,42 e 75,88%) com média aproximada de 76% de sílica (SiO₂) na forma de *quartz low*, 17% (SiO₂) como “*crystalite low*” que nos faz inferir tratar-se de uma estrutura cristalina, quartzo (SiO₂) à 27° e *crystalite low* à 22, 39, 43, 63, 67 e 68° respectivamente, como já verificado no difratograma de Raios-X da Figura 60.

Nessa composição e temperatura ocorre ainda a mulita ou porcelanita a 21, 24, 28, 33, 36, 37, 39, 41, 43, 46, 47, 50, 55, 56, 60, 63, 67, 68 e 69° respectivamente, um mineral de silicato raro formado durante o metamorfismo de contato de minerais de argila. No nosso caso formou várias formas estequiométricas: (Al₂O₄SiO), (2Al₂SiO), (Al₄Si₁), (Al₅Si₁), (Al₅Si₁) e mais 9 fórmulas todas não quantificadas quanto ao percentual existente na amostra.

A mulita é um excelente material devido a sua estabilidade em altas temperaturas, força e resistência à fluência.

Os pontos 1,2,3,4,5 e 6 apresentam alto teor de óxido de ferro, aproximadamente 61% tratando-se da hematita (Fe₂O₃), estrutura cristalina registrada no difratograma da Figura 65.

Aparecem ainda óxidos menores como sódio, magnésio, alumínio, potássio, cálcio como impurezas no entorno das estruturas cristalinas que dão sustentação estrutural à cerâmica.

4.9 LIXIVIAÇÃO

O resultado dos ensaios de lixiviação são mostrados nas Tabela 73 e Tabela 74.

Tabela 73 - Especificação normativa e resultados obtidos nos ensaios de lixiviação

LIXIVIAÇÃO (mg/l)		Composição 9					
Elementos	NBR 10004	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Ca	não prevê	32,83	n.d	n.d	11,43	n.d	n.d.
Cr	0,05	n.d	n.d	n.d	n.d	0,51	n.d.
Cu	2	0,13	n.d	n.d	0,131	0,231	n.d.
Fe	0,3	22,52	n.d	n.d	16,37	51,7	n.d.
Ni	não prevê	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Pb	0,01	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Zn	5	n.d	n.d	n.d	n.d	0,001	n.d.
Al	0,2	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Cd	não prevê	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.

n.d = não detectado;

Fonte: (própria; 2020)

Tabela 74 - Especificação normativa e resultados obtidos nos ensaios de lixiviação

LIXIVIAÇÃO (mg/l)		Composição 30					
Elementos	NBR 10004	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Ca	não prevê	64,16	n.d	n.d	24,19	1,379	n.d.
Cr	0,05	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Cu	2	0,17	n.d	n.d	0,27	0,24	n.d.
Fe	0,3	39,31	n.d	n.d	10,63	10,9	n.d.
Ni	não prevê	0,024	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Pb	0,01	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Zn	5	n.d	n.d	n.d	n.d	0,001	n.d.
Al	0,2	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.
Cd	não prevê	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d.

n.d = não detectado;

Fonte: (própria; 2020)

Pode-se perceber nas tabelas acima que na temperatura de 1150 °C, apenas o teor de ferro (10,9 mg/l) está acima do limite previsto pela NBR 10004 (ABNT, 2004), teor este já esperado devido à composição do rejeito de mineração (IOT) que

conforme pode ser visto na Figura 7 (Elementos Mineralógicos do IOT por DRX) apresenta magnetita, hematita e goethita em sua composição mineralógica.

Observa-se também que o teor de cromo (0,51mg/l) encontrado na composição 9 a 1150 °C na composição 30 já não foi encontrado, fato que comprova a teoria citada por Borgo (2005) que os minerais argilosos apresentam propriedades que favorecem a inertização de resíduos, sendo ela, a capacidade de troca de cátions, fazendo com que os metais encontrados na forma de íons, sejam adsorvidos pela argila em uso através da sinterização a altas temperaturas.

Na temperatura de 1200 °C não foram verificados nenhum componente nocivo por lixiviação. Nem mesmo no cálcio, cobre, ferro e zinco foram detectados.

Ficou comprovado em todas as propriedades da cerâmica que existe correlação fortíssima entre as composições e a temperatura de queima, pois em todas elas o “t” de student calculado foi maior que o “t” de student tabelado e pela análise de variância o “F” de Fisher-Snedecor calculado foi maior que o “F” de Fisher-Snedecor tabelado restando comprovada a hipótese da existência regressão. Para todas as propriedades, o programa gera gráficos que representam a superfície de resposta, relativos à variação delas, da composição e da temperatura.

Foi demonstrado experimentalmente que o compósito da formulação número 30 (trinta) com 25% (vinte e cinco por cento) de IOT, 30% (trinta por cento) de areia de fundição, 30% (trinta por cento) de borra da lapidação de vidros automobilísticos e apenas 15% (quinze por cento) de caulinita sinterizado a 1150 °C apresentou elevada resistência à flexão (10,19 MPa), retração linear de 8,30%, baixo índice de absorção de água (5,48%) e densidade compatível com as cerâmicas tradicionais.

As composições 13, 19, 20, 21, 25 e 26 sinterizadas a 1200 °C podem produzir placas cerâmicas que de acordo com os grupos de absorção da NBR ABNT ISO 13006 (ABNT, 2020) e NBR 13817 (ABNT,1997) que classifica as placas por grupos de absorção de água como de média e alta absorção e métodos de fabricação em **BIIa BIIb e BIII** pois nesse grupo estão as placas prensadas com índice de absorção (Ev), $3\% < Ev \leq 6\%$, maior que 6 e $\leq 10\%$ e absorção $> 10\%$ com módulo de resistência à flexão (MRF) ≥ 12 MPa, conforme Tabela 51 e Tabela 60.

A retração linear das placas cresce conforme aumenta a temperatura, como pode ser visto a partir da temperatura de 1100 °C na Figura 37, onde nas composições 13, 19, 20 e 26 ultrapassa o valor recomendado de 6%. A 1200°C, conforme Figura 45 apenas a composição 6 ficou dentro do recomendado.

As demais composições também ultrapassam o valor recomendado.

Outras composições também apresentaram boas propriedades físicas e mecânicas compatíveis com a cerâmica tradicional, porém para demonstrar as alterações mineralógicas e morfológicas advindas da temperatura e das composições foram analisadas também por difração de Raios-X (DRX) e verificação pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV), amostras da composição número 9 (nove).

O compósito da composição número 9 (nove) contém 10% (10 por cento) de IOT, 15% (quinze por cento) de areia de fundição, 15% (quinze por cento) de vidro e 60% (sessenta por cento) de *caolim* e apresentou nos ensaios físicos e mecânicos os valores de 5,48 MPa de resistência à flexão, retração linear de 6,61%, alta absorção de água (20,30%) e densidade aparente de 1,63 g/cm³.

5 CONCLUSÕES

A estrutura morfológica da composição 9 a 1150°C por MEV, da Figura 54, mostra que não ocorreu a formação da estrutura sólida cristalina semelhantemente à estrutura sólida cristalina formada conforme a Figura 63 da composição 30 a 1150°C por DRX. Isso explica as diferentes propriedades das composições, notadamente da resistência à flexão e da absorção de água, além de confirmar nossa tese de que o reuso do rejeito de enriquecimento do óxido de ferro (IOT) pode significar a mitigação dos efeitos maléficis da sua disposição em lagoas de sedimentação e fazer parte da matriz da matéria-prima para a produção de materiais de construção cerâmicos, particularmente em nosso estudo para a produção de placas cerâmicas de revestimento para pisos e paredes residenciais e comerciais, classificáveis segundo as normas técnicas da ABNT.

Outra importante vantagem da utilização do rejeito de enriquecimento do minério de ferro (IOT), areia de fundição, borra da lapidação de vidro da indústria automobilística e caulinita é a possibilidade de neutralizar a alcalinidade e obter-se materiais não perigosos e ambientalmente corretos, tornando o reaproveitamento de resíduos uma excelente opção para complementar matérias-primas de jazidas (*caolim*) potencialmente agressivas ao meio ambiente e ao *habitat* animal e vegetal, beneficiando dessa forma a sociedade e o meio ambiente.

Ficou comprovado por ensaios e estudos estatísticos que o rejeito do enriquecimento do minério de ferro (IOT) pode ser utilizado como matéria-prima para materiais de construção civil apresentando propriedades e características dentro dos limites especificados pelas normas técnicas brasileiras, mais especificamente para utilização como parte componente da massa cerâmica, juntamente com outros resíduos como a areia de fundição e o vidro residual da lapidação de vidros automobilísticos.

Importante salientar também que do volume gerado na produção do minério de ferro, 30% (trinta por cento) da lama poderia ser direcionada diretamente para os tanques de barbotina das indústrias de cerâmica de revestimento, pois nessas indústrias o *caolim*, as argilas, o quartzo, o calcário, feldspatos e outros materiais, após moagem são transformados em lama e no spray dryer transformados em pó que seguem para as prensas e moldagem das peças (biscoitos), queima e esmaltação.

Altos teores de absorção de água encontrados em outras composições, retrata o índice absorvido pela placa de 1ª queima, sendo que na indústria, para placas cerâmicas de média e alta absorção é realizada uma segunda queima após aplicação de uma fina camada de glazura, também denominada de esmalte, camada essa composta por materiais de natureza predominantemente vítrea preparadas por fusão e resfriamento brusco de misturas minerais que aportam uma grande diversidade de óxidos à composição do vidro formado denominadas de “fritas”. Nas fritas destinadas ao setor de revestimentos cerâmicos, os óxidos de silício, alumínio, boro, cálcio, zinco, potássio, magnésio, bário, zircônio e sódio, geralmente estão presentes em teores apreciáveis.

REFERÊNCIAS

- ADEGAS, R. G. **Perfil ambiental dos processos de fundição ferrosa que utilizam areias no estado do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, RS: UFRGS, 2007, 108p.** Dissertação (Mestrado em Engenharia).
- ALBERS, A. P. F., et al. **Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de Raios-X.** Cerâmica, São Paulo, v. 48, n. 305, mar.2022.
- ALMEIDA, R.R., et al. **Utilização do resíduo do beneficiamento do caolin na produção de blocos e telhas cerâmicas.** Revista Matéria, v. 12, no. 226-236, 2007.
- ALONSO-SANTURDE, Rebeca et al. **Valorization of foundry sand in clay bricks at industrial scale.** Journal of Industrial Ecology, v. 14, n. 2, p. 217-230, 2010;
- ALONSO-SANTURDE, Rebeca et al. **Recycling of foundry by-products in the ceramic industry: Green and core sand in clay bricks.** Construction and Building Materials, v. 27, n. 1, p. 97-106, 2012;
- ANGÉLICA, R.S. **Ciência e Tecnologia de Argilas e Argilominerais: fundamento da mineralogia de argilominerais e Difractometria de Raios-X no estudo de argilominerais; Propriedades de superfícies dos argilominerais** Associação brasileira de cerâmica, 2021/2022.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10.004:** Resíduos sólidos – Classificação. Rio de Janeiro, 2004;
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211:** Agregados para concreto - Especificação, Rio de Janeiro, 2009.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 52:** Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente, Rio de Janeiro, 2009.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 248:** Agregados – Determinação da composição granulométrica, Rio de Janeiro 2001;
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10005:** Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro, 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10007:** Amostragem de resíduos sólidos. Rio de Janeiro, 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 5014:** Produtos refratários conformados densos e isolantes - Determinação do módulo de ruptura à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, 2012.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13816:** Placas cerâmicas para revestimento – Terminologia. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13817**: Placas cerâmicas para revestimento – Classificação, Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13818** Placas cerâmicas para revestimento: Especificação e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 13006**: Placas cerâmicas: Definição – Classificação – Característica e Marcação, Rio de Janeiro, 2020.

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

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 10545-8** Placas Cerâmicas Parte 3: Determinação da expansão térmico linear.

ÁVILA, K.S.P. **Caracterização mineralógica de rejeitos de flotação de itabiritos do Quadrilátero Ferrífero utilizando mineralogia quantitativa eletrônica**. Dissertação de Mestrado – REDEMAT, 2018.

BORGO, S. C. **Minimização e reciclagem de lodo galvânico e poeira de jateamento**. 2005. 109 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba. 2005.

BRAGANÇA, S.R.; et al. **Recycling of iron foundry sand glass waste as raw material for production of whiteware**. Waste management and research, v. 24, p. 60-66, 2006;

BURRIT, R. L.; CHRIST, K. L. **Water risk in mining: Analysis of the Samarco dam failure**. Journal of Cleaner Production (Science Direct), v. 178, p.196-205, 2018;

CALLISTER, JUNIOR, M.W.D. **Ciência dos materiais: uma introdução**. 7a Edição. Rio de Janeiro, LTC, 2009;

CARROL, D. **Clay Minerals: A guide to their x-ray identification**. The Geological Society of America, 1970. Special paper, 126;

CETIN, S.; MARANGONI, M.; BERNARDO, E. **Lightweight glass–ceramic tiles from the sintering of mining tailings**. Ceramics International (Science Direct) v. 41 p. 5294-5300, 2015;

CHEN, Y., et al. **Preparation of eco-friendly construction bricks from hematite tailings**: Journal Construction and Building Materials, Dezembro 2010;

DAL MOLIN, D.C.C., Kulakowski, M.P., Ribeiro, J.L.D. **Contribuições ao planejamento de experimentos em projetos de pesquisa de engenharia civil**. Ambiente Construído, Porto Alegre, v.5, n.2, p. 37-49, 2005).

DNPM, DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. **Sumário Mineral 2015**, disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2015>. Acesso em 03/11/2017.

DUARTE, L. C., et al. **Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no Estudo de Gemas: exemplos brasileiros**. Pesquisas em Geociências. Porto Alegre, n° 30(2), p. 3-15, 2003.

FILOGÔNIO, P.H.C., et al. **Caracterização da lama da lapidação de vidros sodocálcicos para a formulação de produtos de cerâmica vermelha**. 21° CBECIMAT – Congresso brasileiro de Engenharia e Ciência dos materiais, Cuiabá-MT, 2014;

GRIM, R.E. **Clay Mineralogy**. McGraw-Hill. New York, 1968. 596 p.

GUGGENHEIM, S., et al, **Report of the association internationale pour l'étude des argiles (aipea) nomenclature committee for 2001: order, disorder and crystallinity in phyllosilicates and the use of the "crystallinity index"**. Clay and Clay Minerals, v.50, n°3, 406-409.Chicago, 2002.

GUGGENHEIM, S., MARTIN R.T. **Definition of clay and clay mineral**: Joint Report of the AIPEA Nomenclature and CMS Nomenclature Committees. University of Illinois at Chicago, 1995, Clay and Clay Minerals, v.43, n°2, 255-256, 1995;

GUNEY, Yucel et al. **Reusage of waste foundry sand in high-strength concrete**. Waste Management, v. 30, n. 8, p. 1705-1713, 2010;

HERNANDES, H.M.O. **Caracterização geomecânica de rejeitos aplicada a barragens de aterro hidráulico**. Dissertação de mestrado. Universidade de Brasília, Distrito Federal. 174 p.;

IPT, INSTITUO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS. **Rejeitos de mineração, 2016**, disponível em: http://www.ipt.br/noticias_interna.php?id_noticia=1043. Acesso em 03/11/2017.

KABLOV, E.N. et al. **Glass and ceramics based high-temperature composite materials for use in aviation technology**. Glass and Ceramics, v. 105, n°. 1, p. 3 - 12, 2006;

KABLOV, E. N. et al. **Glass and ceramics based high-temperature composite materials for use in aviation technology**. Glass and Ceramics, v. 69, n. 3-4, p. 109-112, 2012;

KIVENTERÃ, J. et.al. **Alkali activation as a new option for gold mine tailings inertization**. Journal of cleaner production, v.187, p. 76-84, 2018.

LI, R., et.al. **Recycling of industrial waste iron tailings in porous bricks with low thermal conductivity**. Construction and Building Materials, v.213, p.43-50, julho 2019.

MENDES, W.C.; et al. **Technical and environmental assessment of the incorporation of iron ore tailings in construction clay bricks**. Construction and Building Materials v. 227, 116669, 2019;

MENEZES, R. R.; NEVES, G. A. FERREIRA, H. C. **O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas.** Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v.6, n°.2, p.303-313, 2002.

MINERAL Industry Surveys. Disponibilizado em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/>> Acessado em setembro de 2014.

MOORE, D.M. & REYNOLDS JR., R.C. **X-Ray Diffraction and the identification and analysis of clay minerals.** Oxford University Press. New York. 1997, 378p.

MYMRINE V., et al. **Influence of Kaolin Clay on Mechanical Properties and The Structure Formation Processes of White Ceramics With Inclusion of Hazardous Laundry Sewage Sludge.** Applied clay science, 155, p. 95-102.

MYMRINE V., et al: **Ceramics composites from iron ore tailings and blast furnace slag** – Ceramics International, dezembro 2021.

MYMRINE V.; CORREA S.M. **New construction material from concrete production and demolition wastes and lime production waste.** Construction and Building Materials, v. 21, p. 578-582, 2007.

MYMRINE, V., et al. **Red ceramics from composites of hazardous sludge with foundry sand, glass waste and acid neutralization salts.** Journal of Environmental Chemical Engineering, 2015;

MUNIZ, D.H.F; FILHO, E.C. **Metais pesados provenientes de rejeitos de mineração e seus efeitos sobre a saúde e o meio ambiente.** <https://researchgate.net/publication/235595215> DOI:10.5102/ucs.v41L.24, 2008;

PAIVI, H. A. Kinnunen, P. H. M.; & kaksonen, A.H. (2019). **Towards circular economy in mining: Opportunities and bottlenecks for tailings valorization.** Journal of Cleaner Production, 228, 153-160. <https://doi.org/j.jclepro>. 2019.04.171;

PEDROSO, C.L. **Compósitos à base de rejeito do minério de ferro, resíduo do concreto, resíduos da produção de celulose e resíduo da produção de cal.** Tese de doutorado PPGEC-CT, Curitiba, 2020.

PICHORIM, A. **Cerâmica vermelha a partir de lodo galvânico, lodo de anodização do alumínio e areia de fundição.** Master's Dissertation in Civil Engineering, presented to the Graduate Program in Civil Engineering-PPGEC, from the Federal Technological University of Paraná - UTFPR, Curitiba, 2018;

PIRES, J.M.M. et al. **Potencial poluidor de resíduo sólido da Samarco Mineração: estudo de caso da barragem de Germano.** Revista Árvore, v. 27, n. 3, p. 393-397, 2003

PÖTTER, R.O.; N. KÄMPF. **Argilo-minerais e óxidos de ferro em cambissolos e latossolos sob regime climático térmico úmido no Rio Grande do Sul.** Ci. Solo, v.5(3) p. 153-159, 1981;

ROSS, S.M. **Peirce's criterion for the elimination of suspect experimental data.** Journal of Engineering Technology, v. 20, n.2, p. 38-41, 2004.

SILVA, G.P. et al. **Caracterização química, física e mineralógica de estéreis e rejeito da mineração de ferro da mina de alegria em Mariana-MG**. Pesquisa Agropecuária Tropical, v. 36, n. 1, p. 45–52, 2007.

SILVA, V.C. **Caracterização química e mineralógica de rejeito de minério de ferro proveniente do rompimento da barragem de Fundão em Mariana-MG**. Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro Ambiental e Sanitarista, 2016.

SOUZA, C.S. **Efeito da incorporação de resíduos de minério de ferro nas propriedades e na microestrutura de cerâmica argilosa do município de Campos dos Goytacazes**. Dissertação de mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais, 2007.

TIKALSKY, P., GAFFNEY, M., REGAN, R. **Properties of controlled low-strength material containing foundry sand**. ACI Structural Journal, v.97.6, p. 698-702, 2000.

WANNA C. Fontes et.al. **Assessment of the use potential of iron ore tailings in the manufacture of Ceramics tiles: From tailings-dams to “brown porcelain”**. Construction and Building Materials, v.206, p. 111-121, 2019;

WANG G, et.al. **Efeito da temperatura de sinterização na composição mineral e mobilidade de metais pesados em tijolos de rejeito**. Gestão de resíduos, v.93, p. 112-121, 2019.

WIKIPEDIA. Brumadinho. www.glogle.com.br, accessed on 08-08-2019;

WIKIPEDIA. Mariana. www.glogle.com.br, accessed on 03/10/2018;

YOUNG G.; YANG M. **Preparation and Characterization of Portland cement clinker from iron ore tailings**. Construction and Building Materials, v. 197, p. 152-156, 2019;

ZHAO S.; FAN J.; SUN W. **Utilization of iron ore tailings as fine aggregate in ultra-high performance concrete**: Journal Construction and Building Materials, outubro 2013.

ZHAO Y.; et al. **Preparation of high strength autoclaved bricks from hematite tailings**. Journal Construction and Building Materials, novembro 2011;

ZHU M., et.al. **Preparation and characterization of permeable bricks from gangue and tailings**. Journal conbuildmat, <https://doi.org/10.1016>, 2017;