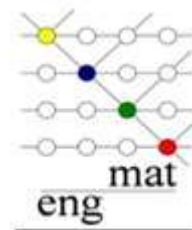




UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS



NATAN ALVES DOS SANTOS

**INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE PRENSAGEM NAS PROPRIEDADES  
TECNOLÓGICAS DOS CORPOS CERÂMICOS PRODUZIDOS COM  
RESÍDUOS**

João Pessoa – outubro, 2018

*“Influência da pressão de prensagem nas propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos produzidos com resíduos”*

Trabalho de conclusão de curso apresentado à coordenação de Engenharia de Materiais, do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba, para apreciação da banca examinadora como parte dos requisitos para a obtenção do grau de bacharel em Engenharia de Materiais.

**Orientador:** Lizabeth Fernanda Araújo Campos

João Pessoa – outubro, 2018

**NATAN ALVES DOS SANTOS**

**INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE Prensagem nas Propriedades  
Tecnológicas dos Corpos Cerâmicos Produzidos com  
Resíduos**

**Data de defesa:** 30 de outubro de 2018.


**Período:** 2018.1

**Trabalho de Conclusão de Curso aprovado pela Banca Examinadora:**




---

**Prof. Dra. Lizandra Fernanda Araújo Campos**  
**DEMat/CT/UFPB**



---

**Profa. Dr. Ricardo Peixoto Suassuna Dutra**  
**DEMat/CT/UFPB**



---

**Prof. Dr. Daniel Araújo de Macedo**  
**DEMat/CT/UFPB**

S237i Santos, Natan Alves Dos.

INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE PRENSAGEM NAS PROPRIEDADES  
TECNOLÓGICAS DOS CORPOS CERÂMICOS PRODUZIDOS COM  
RESÍDUOS / Natan Alves Dos Santos. - João Pessoa, 2018.  
51 f. : il.

Orientação: LISZANDRA FERNANDA ARAUJO CAMPOS.  
Monografia (Graduação) - UFPB/CT.

1. RESÍDUO CERÂMICO, PRESSÃO DE PRENSAGEM. I. CAMPOS,  
LISZANDRA FERNANDA ARAUJO. II. Título.

UFPB/BC

*“O sucesso é ir de fracasso em fracasso sem perder entusiasmo”*

*Winston Churchill*

**Dedicatória**

*Aos meus pais, minhas irmãs e ao bebê mais lindo desse mundo, meu sobrinho Enzo*

## Agradecimentos

Esse é um dos momentos mais especiais da minha vida. Mais uma etapa que se encerra e eu não poderia estar mais feliz e ansioso para o que o futuro guarda. Me despeço da graduação com um profundo sentimento de gratidão por todas as oportunidades de aprendizado e crescimento que me foram proporcionadas.

Agradeço primeiramente a minha família por todo apoio incondicional que me deram até hoje e tenho plena certeza que estarão sempre ao meu lado independentemente das escolhas que farei.

A professora Lizandra por ter sido minha orientadora no PIBIC por várias vigências, por me orientar nesse trabalho de conclusão de curso, por todo apoio emocional e por se fazer disponível sempre que precisei.

A todos os professores que além de contribuírem com minha formação profissional também contribuíram para o meu crescimento pessoal. Agradeço ainda aqueles que serviram de exemplo a não ser seguido.

Aos técnicos de laboratório do DEMat, em especial a Joelma e Breno.

Aos outros três membros do quarteto mais fantástico que a curso de engenharia de materiais da UFPB já teve.

A Elielson, Paulo e Wanessa que contribuíram na parte experimental desse trabalho.

A todos os amigos que foram companheiros fundamentais nessa caminhada dura até aqui.

E por fim, a quem não mencionei, mas que esteve junto meu sincero pedido de desculpas e meu agradecimento de coração.

**LISTA DE FIGURAS**

<b>Figura 1-</b> Sistema ternário resíduo, caulim e feldspato mostrando o triângulo e os pontos simplex. ....	22
<b>Figura 2-</b> Difratoograma do resíduo .....	27
<b>Figura 3-</b> Difratoograma do caulim .....	28
<b>Figura 4-</b> Difratoograma do feldspato.....	28
<b>Figura 5-</b> Termograma do caulim .....	29
<b>Figura 6-</b> Termograma do resíduo .....	30
<b>Figura 7-</b> Termograma do feldspato .....	31
<b>Figura 8-</b> Distribuição granulométrica do resíduo .....	32
<b>Figura 9-</b> Distribuição granulométrica do caulim.....	32
<b>Figura 10-</b> Distribuição granulométrica do feldspato .....	33
<b>Figura 11-</b> Projeções das superfícies de respostas para AA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	40
<b>Figura 12-</b> Projeções das superfícies de respostas para PA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	41
<b>Figura 13-</b> Projeções das superfícies de respostas para MEA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	42
<b>Figura 14-</b> Projeções das superfícies de respostas para RLQ das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	43
<b>Figura 15-</b> Projeções das superfícies de respostas para PF das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	44
<b>Figura 16 -</b> Projeções das superfícies de respostas para TRF das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).....	45

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1-</b> Composições obtidas através do planejamento em rede simplex centroide {3,2}, aumentado .....	22
<b>Tabela 2-</b> Composição química das matérias-primas usadas na confecção dos corpos de prova. ....	26
<b>Tabela 3-</b> Análises granulométricas das amostras de resíduo, caulim e feldspato. ....	33
<b>Tabela 4-</b> Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 40 MPa.....	34
<b>Tabela 5-</b> Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 60 MPa.....	35
<b>Tabela 6-</b> Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 80 MPa.....	36
<b>Tabela 7-</b> Equações decodificadas correlacionando os valores de AA <sub>x</sub> , PA <sub>x</sub> , MEA <sub>x</sub> , RLQ <sub>x</sub> , PF <sub>x</sub> e TRF <sub>x</sub> com as proporções dos componentes: resíduo, caulim e feldspato. Onde x representa a pressão de prensagem nas condições de 40; 60 e 80 MPa.....	37
<b>Tabela 8-</b> Estatísticas relevantes para a análise de variância das variáveis AA <sub>x</sub> , PA <sub>x</sub> , MEA <sub>x</sub> , RLQ <sub>x</sub> , PF <sub>x</sub> e TRF <sub>x</sub> para as matérias-primas: caulim, feldspato e resíduo. Onde x representa a pressão de prensagem nas condições de 40; 60 e 80 MPa.....	38
<b>Tabela 9-</b> Resultados dos testes de falta de ajuste para as variáveis estudadas para as matérias-primas: caulim, feldspato e resíduo .....	39

## Resumo

A busca das indústrias do setor cerâmico em suprir as necessidades dos consumidores por produtos de alta qualidade e baixo custo leva a um frequente desenvolvimento de formulações cerâmicas. O reaproveitamento de resíduo industrial em materiais cerâmicos demonstra ser uma das alternativas mais viáveis para a redução dos impactos ambientais e a redução nos custos industriais a serem explorados pelas indústrias no momento atual. Este trabalho de conclusão de curso tem como objetivo avaliar a influência da pressão de prensagem nas propriedades tecnológicas de corpos cerâmicos obtidos com massas cerâmicas triaxiais nas quais serão introduzidos resíduos do processo de fabricação de louças sanitárias de uma indústria do Estado da Paraíba, João Pessoa. Foram formuladas composições com teores de resíduo variando de 65 a 100%, caulim e feldspato de 0 a 35%. Os corpos cerâmicos foram prensados em pressões de 40, 60 e 80 MPa. A sinterização dos corpos foi realizada a temperatura de 1200°C. As matérias-primas apresentaram características físicas, químicas e mineralógicas comumente às utilizadas para cerâmica branca. Foram avaliadas as propriedades tecnológicas de absorção de água -AA, porosidade aparente - PA, massa específica aparente - MEA, retração linear de queima - RLQ, perda ao fogo - PF e tensão de ruptura a flexão – TRF sendo possível concluir que todos os valores apresentam-se dentro dos parâmetros utilizados na indústria da cerâmica branca. Após avaliar os efeitos das pressões de prensagem pode-se concluir que os valores de AA, PA, MEA e RLQ foram menores a medida que a pressão aumentou. A PF se manteve na média. A resistência mecânica aumentou com o aumento da pressão de prensagem para as amostras prensadas a 40 MPa e 60 MPa. As amostras prensadas a 80 MPa não apresentaram resposta estatística significativa.

Palavras chaves: Delineamento de misturas, resíduo cerâmico, pressão de prensagem

## Sumário

1. Introdução .....	13
2. Objetivos .....	14
2.1 Objetivos gerais .....	14
2.2 Objetivos específicos .....	14
3. Fundamentação teórica .....	15
3.1 Planejamento de experimentos com mistura .....	15
3.2 Formulações de massas para cerâmica branca .....	16
3.3 Aproveitamento de resíduos industriais como matérias-primas cerâmicas ..	18
3.4 Prensagem .....	19
4. Metodologia .....	20
4.1 Materiais .....	20
4.2 Métodos .....	21
4.2.1 Preparação das matérias-primas .....	21
4.2.2 Caracterização das matérias primas .....	21
4.2.2.1 Análise química .....	21
4.2.2.2 Análise mineralógica .....	21
4.2.2.3 Análise térmica (DTG/DTA).....	22
4.2.2.4 Análise granulométrica a laser .....	22
4.2.3 Delineamento de misturas .....	22
4.2.4 Preparação dos corpos cerâmicos .....	23
4.2.5 Caracterização tecnológica dos corpos cerâmicos .....	24
4.2.5.1 Absorção de água (AA) .....	24
4.2.5.2 Porosidade aparente (PA) .....	24
4.2.5.3 Massa específica aparente (MEA).....	25
4.2.5.4 Retração linear de queima (RLQ).....	25
4.2.5.5 Perda ao fogo (PF).....	26
4.2.5.6 Ensaio de flexão .....	26
5. Resultados e discussões .....	27
5.1 Análise química .....	27
5.2 Análise mineralógica .....	28

5.3 Análise térmica (DTG/DTA).....	29
5.4 Análise granulométrica a laser .....	31
5.5 Caracterização tecnológica .....	34
5.6 Análise de variância .....	37
5.7 Superfícies de resposta .....	39
6. Conclusões .....	45
7. Referencias .....	47

## 1. Introdução

A busca das indústrias do setor cerâmico em suprir as necessidades dos consumidores por produtos de alta qualidade e baixo custo leva a um frequente desenvolvimento de formulações cerâmicas.

Os principais fatores que fazem uma formulação ser desenvolvida estão ligados ao: surgimento de novos produtos no mercado; necessidade da empresa de melhorar ou eliminar problemas de produtos já em comercialização; substituição de uma matéria-prima por outra de menor custo ou mais próxima da empresa; necessidade do uso mais racional de matérias-primas de elevado custo ou com reservas escassas; alterações nas características das matérias-primas ou esgotamento das jazidas e alterações no processo produtivo das empresas.

Diversas são as metodologias que podem ser aplicadas na etapa de desenvolvimento de uma formulação cerâmica. A mais frequentemente utilizada por profissionais do setor está baseada na experiência do formulador. Muitas vezes o formulador leva em consideração o comportamento aditivo das matérias-primas. De acordo com essa metodologia, as matérias-primas iriam se comportar em mistura da mesma maneira que quando puras. Porém, composições cerâmicas durante o processamento apresentam diversas combinações e reações que não ocorrem com o material puro. Devido a esse comportamento não aditivo torna-se difícil prever o comportamento da matéria-prima em uso e realizar a otimização das formulações. Essa metodologia pode requerer grande número de experimentos com gasto de tempo, de equipamentos, de materiais e de recursos humanos.

Uma metodologia alternativa que aos poucos vem se difundindo, principalmente no meio acadêmico, baseia-se na utilização de métodos estatísticos aplicados no delineamento, avaliação e otimização de experimentos. A metodologia de delineamento estatístico de misturas avalia o comportamento das matérias-primas em mistura. Através dela pode-se conhecer a real função de cada matéria-prima em uma formulação e com isso realizar estudos visando à compreensão dos mecanismos envolvidos nas reações otimizando as formulações, obtendo as que apresentarem melhor desempenho associados ao baixo custo, utilização racional das matérias-primas e robustez.

O Brasil situa-se entre os quatro produtores de cerâmica tradicional no cenário mundial. Entretanto, a quase totalidade das indústrias de cerâmica, ainda obtém suas matérias-primas exclusivamente da natureza, gerando uma aceleração na degradação dos ecossistemas naturais e a limitação dos estoques de muitas matérias-primas (CAVALCANTE, 2005).

A degradação do meio ambiente é um dos problemas mais importantes que tem acompanhado a Humanidade nas últimas décadas. A exploração dos recursos naturais e o desenvolvimento tecnológico são fenômenos que, incontrolados, podem provocar desequilíbrios ecológicos com consequências dificilmente previsíveis, causados principalmente pela extração indiscriminada dos recursos naturais e pelo descarte dos resíduos industriais.

O reaproveitamento de resíduo industrial em materiais cerâmicos demonstra ser uma das alternativas mais viáveis para a redução dos impactos ambientais e a redução nos custos industriais a serem explorados pelas indústrias no momento atual, haja vista a grande versatilidade na forma de processamento e principalmente pela incorporação dos resíduos industriais na cerâmica ser um método que assegura a inertização de elementos potencialmente tóxicos (CORONADO et al., 2015).

## **2. Objetivos**

### **2.1 Objetivos gerais**

Este trabalho de conclusão de curso tem como objetivo avaliar a influência da pressão de prensagem nas propriedades tecnológicas de corpos cerâmicos obtidos com massas cerâmicas triaxiais nas quais serão introduzidos resíduos do processo de fabricação de louças sanitárias de uma indústria do Estado da Paraíba, João Pessoa.

### **2.2 Objetivos específicos**

São propostos os seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar física, química e mineralogicamente as matérias-primas e os resíduos;
- Realizar um planejamento experimental especificando diferentes composições das matérias-primas utilizadas e do resíduo por meio de técnicas do delineamento de misturas visando a otimização das composições por metodologia de superfícies de respostas;
- Determinar as propriedades tecnológicas (porosidade e densidade aparente, absorção de água, retração linear de secagem e de queima, resistência mecânica e perda ao fogo) dos corpos cerâmicos obtidos;
- Indicar a possibilidade de aproveitamento do resíduo nas massas cerâmicas;
- Avaliar a influência da pressão de prensagem na resistência mecânica dos corpos sinterizados.

### **3. Fundamentação teórica**

#### **3.1 Planejamento de experimentos com misturas**

Experimentos fazem parte dos processos de tomada de decisão em ciência e em engenharia e são aplicados quando se deseja obter informações de como as variáveis de resposta de um sistema irão variar em função das variações nas variáveis de controle. Usando planejamentos experimentais baseados em princípios estatísticos, os pesquisadores podem extrair do sistema em estudo o máximo de informação útil, fazendo um número mínimo de experimentos (BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2010).

Na etapa de avaliação dos resultados dos experimentos, técnicas como a análise de variância (ANOVA) e a utilização de equações de regressão encontram larga aplicação (BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS, 2010).

Na busca da otimização de uma determinada variável de resposta em função de algumas variáveis de controle, pode-se utilizar a metodologia de superfície de resposta, que consiste na aplicação de técnicas de planejamento e análise de experimentos

visando a criação de uma superfície de resposta e através desta realiza-se a otimização de variável de interesse (CORNELL, 1990).

Dentre diversas técnicas de análise e planejamento experimentais, o uso do delineamento de misturas vem crescendo continuamente, despertando interesse, não só nas universidades, como também na indústria. Isso porque muitos materiais são formados pela mistura de vários componentes e as propriedades do produto manufaturado dependem das proporções dos componentes na formulação (CORNELL, 1990).

As metodologias de delineamento de misturas e de superfície de respostas são ferramentas estatísticas que têm sido usadas para predizer as propriedades tecnológicas de diferentes produtos cerâmicos de acordo com as formulações propostas evidenciando a possibilidade de avaliar, de forma geral, o comportamento de cada matéria-prima e de suas misturas nas composições (CORONADO et al., 2015; CORREIA et al., 2009; MENEZES et al., 2008).

### **3.2 Formulações de massas para cerâmica branca**

As formulações das matérias-primas utilizadas na fabricação de produtos da cerâmica branca são geralmente fórmulas contendo argilas cauliniticas, geralmente do tipo ball clays, caulins, quartzo e feldspatos ou filitos. As propriedades físicas, tais como a pureza, forma da partícula e distribuição de tamanho de partículas, assim como a composição mineralógica e química das matérias-primas devem cumprir os critérios desejados de produção (OZEL et al., 1999; BERNASCONIA et al., 2014). Abaixo são descritas cada uma das matérias-primas citadas.

Argilas plásticas do tipo “ball clays” são argilas sedimentares de granulometria fina, com cerca de 80% em massa de partículas com diâmetro médio abaixo de 2 mm, e elevada plasticidade; são refratárias e após queima apresentam coloração clara. Quanto aos constituintes mineralógicos, as argilas plásticas contêm, além da caulinita, proporções variadas de illita, mica, sericita e quartzo, com pequenas quantidades de matéria orgânica e outros argilominerais do grupo da esmectita. Na indústria cerâmica são empregadas em massas para confecção de produtos cerâmicos como azulejos,

porcelanas domésticas, louça de mesa, louça sanitária e isolantes elétricos de porcelana (CARTAXO et al., 2016).

O caulim tem como principal constituinte a caulinita e devido as suas características de alvura e granulometria é utilizado, principalmente, nas indústrias de papel, química e cerâmica (BOSCHI et al., 2005).

O quartzo é um mineral de pureza quase completa, podendo conter traços de lítio, sódio, potássio, alumínio, ferro férrico, manganês bivalente e titânio, possuindo propriedades físicas constantes. O quartzo atua no controle da dilatação evitando a distorção da peça cerâmica. Também é utilizado para diminuir a plasticidade da formulação e aumentar a permeabilidade da peça crua. As principais fontes de quartzo para a indústria cerâmica são os arenitos e os quartzitos (CORREIA et al., 2009).

Os feldspatos são silicatos de alumínio contendo diferentes proporções de cálcio, potássio e sódio. Eles ocorrem em rochas graníticas e são os principais minerais dos pegmatitos, associados a diversos outros minerais. Na indústria cerâmica o feldspato atua como fundente. O feldspato pode ser substituído em várias de suas aplicações por agalmatolito, areia feldspática, argila, escória de alto-forno, filito, nefelina sienito, pirofilita e talco (BERNASCONIA et al., 2014).

Filitos cerâmicos são rochas metamórficas que, moídas, são usadas em massas de grês sanitário, como substitutos parciais de argilas e de feldspatos. São, também, utilizados, em várias proporções, para aumentar a velocidade de sinterização de massas para louças de mesa, em ladrilhos de piso, em azulejos, em alguns materiais refratários e em cerâmicas elétricas. São compostos de uma mistura de caulinita, mica moscovita finamente dividida ou sericita e de quartzo em proporções variáveis, com um teor de óxido de potássio e sódio (geralmente superior a 5%). Devido a conterem minerais com potássio e sódio, têm atuação importante como fundentes, substituindo o feldspato. Devido à sua natureza química e mineralógica, pode compor até 50% das massas cerâmicas (TANNO e MOTTA, 2000).

### **3.3 Aproveitamento de resíduos industriais como matérias-primas**

Um dos grandes desafios do mundo moderno é o trato do problema do resíduo sólido gerado no processo industrial. Nas últimas décadas, o crescimento do consumo e

consequentemente o aumento da produção industrial têm acarretado não apenas a diminuição das reservas naturais seja esses minerais ou energéticas, mas também a geração de uma grande quantidade e variedade de resíduos e subprodutos (CAVALCANTE, 2005).

A problemática ambiental tem despertado nos últimos anos grande interesse no Brasil. As leis de controle ambiental tornaram-se mais severas e os órgãos de fiscalização ambiental tornaram-se mais eficientes. Por outro lado, os custos de disposição de resíduos de forma ecologicamente correta são elevados (MOREIRA et al., 2005).

A história industrial brasileira não difere do panorama global, visto que nunca dispôs corretamente os resíduos gerados, sendo estes, usualmente, despejados em rios, no mar, terrenos baldios, enterrados ou simplesmente abandonados em galpões da própria empresa geradora. A poluição advinda dessas práticas teve, e ainda tem, seus efeitos nocivos observados não apenas no meio ambiente, mas também na saúde do próprio homem (MENEZES et al., 2008).

Com as novas normas e diretrizes para o gerenciamento de resíduos sólidos, a busca por alternativas menos agressivas, mais eficazes e coeficientes de tratamento dos resíduos sólidos tem sido o caminho trilhado para reverter, ou pelo menos amenizar, o cenário negativo estabelecido pela disposição incorreta destes materiais (CAVALCANTE, 2005).

A indústria cerâmica se caracteriza como uma indústria baseada na tecnologia do pó e o efluente líquido gerado em diversas etapas da produção apresenta uma concentração de sólidos em suspensão elevadas. Após o adequado tratamento desse efluente gera-se um volume considerável de resíduo sólido que não apresenta uma destinação definida. De maneira geral, ele é descartado de forma inadequada no meio ambiente, provocando assoreamento e contaminação dos rios (CAVALCANTE, 2005).

Vários trabalhos científicos (KAZMI et al., 2016; WIEMES et al., 2017; GONZÁLEZ et al., 2016) demonstram que processos cerâmicos e reciclagem de resíduos industriais apresentam uma ótima combinação e representam uma solução viável para os problemas de impacto ambiental. Os estudos apontam também o grande potencial de redução de custos de produção com a incorporação de resíduos em substituição as matérias-primas.

### **3.4 Prensagem**

O processo de prensagem é um dos mais utilizados industrialmente para obtenção de peças cerâmicas devido à alta produtividade. No caso específico do Brasil é extensamente utilizado, já que o país é o segundo maior produtor de revestimentos cerâmicos, que são conformados por prensagem. Com a tendência à fabricação de peças de revestimentos cada vez maiores, a conformação por prensagem vem se tornando uma etapa crítica do processo, sendo necessário cada vez mais a compreensão de como algumas variáveis, por exemplo, umidade relativa do ar e temperatura possam afetar os defeitos nas peças obtidas pela prensagem, reduzindo as perdas desse processo e melhorando a densificação durante a sinterização (SANTOS, 2012).

O processo de prensagem influencia a microestrutura e as propriedades dos materiais cerâmicos, pois é durante o mesmo que muitos defeitos podem ser introduzidos na peça a verde (SHINOHARA et al., 1999; ABE et al., 2003). Os principais defeitos são poros (vazios), gradientes de densidade e micro trincas (SANTOS, 2012).

O surgimento destes defeitos está relacionado a diversos fatores envolvidos no processo de compactação, que vão desde a preparação da matéria-prima, os aditivos orgânicos presentes, as características da pressão aplicada, até o projeto da matriz. Compreender como estes fatores interferem no processo é fundamental para que se possa minimizar ao máximo a população de defeitos na peça compactada (UEMATSU et al., 1996; WALKER et al., 1999).

A prensagem a seco tem por objetivo estabelecer uma forma definida a um pó moldável, cujas características são variáveis, através da homogênea redução da porosidade do mesmo, transformando-o em um corpo compactado com maior densidade e microestrutura adequada para obter-se as características finais desejadas (AMORÓS et al., 2000)

Uma das maneiras mais eficientes de se avaliar a qualidade dos produtos compactados, e, portanto, avaliar as condições de prensagem, é por meio da avaliação da resistência mecânica dos corpos de prova, já que aqueles obtidos sob as condições mais adequadas de prensagem apresentarão uma menor população de defeitos, e estes defeitos com dimensões mais reduzidas. Isso deverá ser revelado pela análise dos resultados de resistência mecânica que deverá ser maior para os corpos com menor número de defeitos (SANTOS, 2012).

## **4. Metodologia**

### **4.1 Materiais**

Para formulação das massas cerâmicas foram utilizadas as seguintes matérias-primas:

- Resíduo cerâmico, provindo da mistura dos materiais utilizados na preparação da massa cerâmica e na preparação esmalte;
- Caulim proveniente de jazida localizada no Equador, RN;
- Feldspato proveniente de jazida localizada em Parelhas, RN.

Todas cedidas por uma empresa localizada no distrito industrial da cidade de João Pessoa no Estado da Paraíba.

### **4.2 Métodos**

#### **4.2.1 Preparação das matérias-primas**

As matérias-primas foram secas em estufa à 110°C por, pelo menos, 24 horas. Posteriormente foram moídas em moinho de discos da marca MARCON , e classificadas em peneira ABNT #200 (Abertura 0,074 mm).

#### **4.2.2 Caracterização das matérias-primas**

##### **4.2.2.1 Análise química**

As amostras foram compactadas, na forma de pastilhas, na prensa hidráulica modelo Briquetting Machine MP-35, da marca SHIMADZU e posteriormente analisados em equipamento XRF-1800 da marca LAB CENTER.

Foram realizadas seguintes determinações: SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, CaO, SO<sub>3</sub> e outros óxidos.

#### **4.2.2.2 Análise mineralógica**

A análise de DRX foi realizada no equipamento XRD6000 da SHIMADZU, com radiação  $\alpha$  do cobre (40kV/30mA) e velocidade de goniômetro de 2°/min, passo de leitura de 0,02° e 2 $\theta$  variando de 5° até 60°.

#### **4.2.2.3 Análise térmica (DTG/DTA)**

A análise termogravimétrica e a análise térmica diferencial foram realizadas na máquina do modelo DTG-60H e da marca SHIMADZU. Foi utilizada uma taxa de aquecimento de 12,5 °C/min em atmosfera inerte e temperatura variando de 25°C até 1000°C.

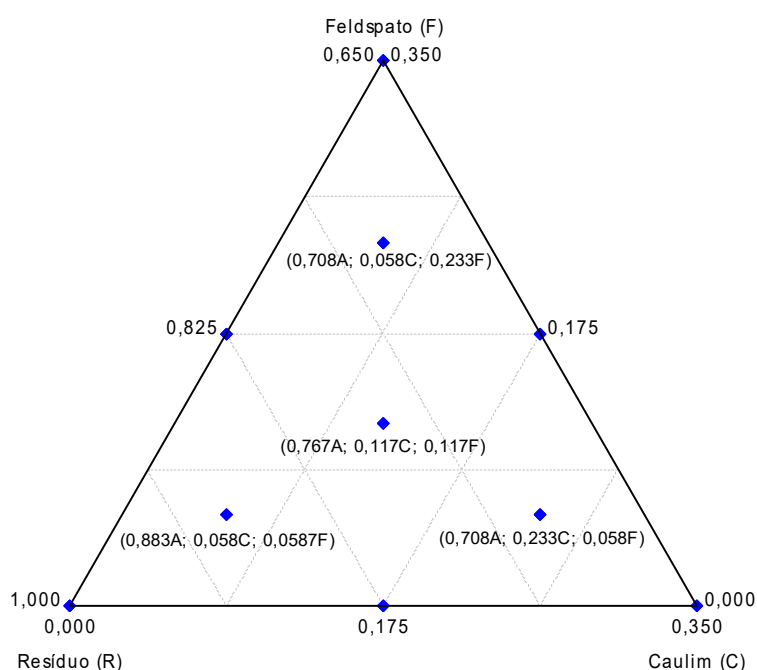
#### **4.2.2.4 Análise granulométrica a Laser**

Nesse estudo determinou-se a distribuição granulométrica das partículas pela análise granulométrica a laser na máquina da marca CILAS 1090. A amostra foi classificada em peneira ABNT #200 (mesh-0,074mm). A análise foi feita a seco com pressão do jato de 2500 mBar.

### **4.2.3 Delineamento de Misturas**

As composições foram formuladas com resíduo, caulim e feldspato empregando a metodologia de modelagem de misturas do planejamento experimental (CORNELL, J.A. et al., 1990). Para definir as composições foi utilizado um planejamento em rede simplex centroide  $\{3,2\}$ , aumentado, com pontos interiores, total de dez pontos (Figura 1). As combinações encontram-se na Tabela 1.

Foram estabelecidos limites para os componentes, baseados em formulações encontradas na literatura para aplicações em cerâmica branca (P. SOUZA SANTOS. At al., 1989).



**Figura 1-** Sistema ternário resíduo, caulim e feldspato mostrando o triângulo e os pontos simplex.

**Tabela 1-** Composições obtidas através do planejamento em rede simplex centroide  $\{3,2\}$ , aumentado

Amostras	Composições (%)		
	Resíduo	Caulim	Feldspato
1	100,00	0,00	0,00
2	65,00	35,00	0,00
3	65,00	0,00	35,00
4	82,50	17,50	0,00
5	82,50	0,00	17,50

<b>6</b>	65,00	17,50	17,50
<b>7</b>	76,67	11,67	11,67
<b>8</b>	88,33	5,83	5,83
<b>9</b>	70,83	23,33	5,83
<b>10</b>	70,83	5,83	23,33

#### 4.2.4 Preparação dos corpos cerâmicos

O método de conformação utilizado para a confecção dos corpos cerâmicos foi a prensagem uniaxial. Os corpos foram prensados numa prensa hidráulica da marca MARCON com carga de 5; 7,5 e 10 toneladas, que distribuídas na área do corpo cerâmico correspondem a pressões de 40MPa, 60MPa e 80MPa, respectivamente.

Logo em seguida foram levados a estufa a 110° C por 24 horas e sinterizados a 1200° com rampa de aquecimento de 5° C/min e isoterma de 60 minutos.

#### 4.2.5 Caracterização tecnológica dos corpos cerâmicos

##### 4.2.5.1 Absorção de água (AA)

No ensaio de absorção de água (AA), os corpos cerâmicos sinterizados foram imersos em água por 24 horas, após esse período o excesso de água foi retirado, para obtenção do peso úmido (Pu). Para o cálculo foi utilizada a Equação 01.

$$AA(\%) = \frac{Pu - Pq}{Pq} \times 100 \quad (01)$$

Em que:

P<sub>q</sub> (g) é o peso dos corpos de prova secos, após sinterização;

$P_u$  (g) é o peso dos corpos de prova saturados (úmidos).

Os resultados foram obtidos em triplicatas.

#### 4.2.5.2 Porosidade aparente (PA)

Na determinação da porosidade aparente (PA), os corpos de prova sinterizados foram imersos em água por 24 horas, após esse período foi determinado o peso imerso ( $P_i$ ) e retirado o excesso de água para obtenção do peso úmido ( $P_u$ ). Para o cálculo foi utilizada a Equação 02.

$$PA(\%) = \frac{P_u - P_q}{P_u - P_i} \times 100 \quad (02)$$

Em que:

$P_q$  (g) é o peso dos corpos de prova secos, após sinterização;

$P_u$  (g) é o peso dos corpos de prova saturados (úmidos) e,

$P_i$  (g) é o peso imerso dos corpos de prova.

Os resultados foram obtidos em triplicatas.

#### 4.2.5.3 Massa específica aparente (MEA)

Na determinação da massa específica aparente (MEA) os corpos de prova sinterizados foram imersos em água por 24 horas, após esse período foi determinado o peso imerso ( $P_i$ ) e retirado o excesso de água para obtenção do peso úmido ( $P_u$ ). Para obter a densidade aparente foi utilizada a Equação 03.

$$MEA = \frac{P_q}{P_u - P_i} \quad (03)$$

Em que:

$P_q$  (g) é o peso dos corpos de prova secos, após sinterização;

$P_u$  (g) é o peso dos corpos de prova saturados (úmidos) e,

$P_i$  (g) é o peso imerso dos corpos de prova.

Os resultados foram obtidos em triplicatas.

#### 4.2.5.4 Retração linear de queima (RLQ)

A retração linear de queima é a medida percentual da variação dimensional do corpo de prova após ser submetido ao processo de queima. A variação de dimensão linear dos corpos cerâmicos é medida através da Equação 04.

$$RLQ(\%) = \frac{L_o - L}{L_o} \times 100 \quad (04)$$

Em que:

$L_o$  (mm) é o comprimento do corpo de prova após a secagem, antes da queima;

$L_f$  (mm) é o comprimento do corpo de prova após a queima.

Os resultados foram obtidos em triplicatas.

#### 4.2.5.5 Perda ao fogo (PF)

A perda ao fogo é obtida através da relação entre a perda de massa no processo de queima e a massa inicial da amostra. Para obter os valores de perda ao fogo foi utilizada a Equação 05.

$$PF(\%) = \frac{P_s - P_q}{P_s} \times 100 \quad (05)$$

Em que:

$P_s$  (g) é o peso dos corpos de provas secos, antes da sinterização;

$P_q$  (g) é o peso dos corpos secos, após a sinterização.

Os resultados foram obtidos em triplicatas

#### 4.2.5.6 Ensaio de flexão

Foi utilizado o método de ensaio de flexão de três pontos, os parâmetros utilizados foram: velocidade de 0,5 mm/min e distância dos apoios de 30 mm. A tensão de ruptura à flexão (TRF) foi calculada utilizando a Equação 06.

$$TRF \left( \frac{Kgf}{mm^2} \right) = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (06)$$

Em que:

P (N) é a carga atingida no momento da ruptura;

L (mm) é a distância entre os pontos de apoio;

b (mm) é a largura do corpo de prova;

h (mm) é a altura do corpo de prova

Os resultados foram obtidos em triplicatas.

## 5. Resultados e discussões

### 5.1 Análise química

A Tabela 2 estão apresentadas as composições químicas das matérias-primas utilizadas na confecção dos corpos cerâmicos.

**Tabela 2-** Composição química das matérias-primas usadas na confecção dos corpos de prova.

	Determinações (%)									Total
	PF	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	SO <sub>3</sub>	Outros	
<b>Caulim</b>	15,51	57,65	25,63	1,04	-	-	-	-	0,17	100,00
<b>Resíduo</b>	6,67	70,33	17,57	1,25	1,20	-	1,17	-	2,11	100,00
<b>Feldspato</b>	1,21	82,77	9,87	-	3,92	0,98	0,74	-	0,51	100,00

PF: Perda ao Fogo

A perda ao fogo (PF) representa a perda de água livre intercalada, a perda de água de hidroxilas dos argilominerais, matéria orgânica e decomposição de carbonatos (LIRA et al., 2013). Para as matérias primas estudadas os teores de PF variaram de 1,21% para a amostra de feldspato até 15,51% para a amostra de caulim.

A sílica (SiO<sub>2</sub>) está presente em todas as matérias-primas estudadas. Seu teor variou de 57,65%, para o caulim, até 82,77%, para o feldspato.

Podem ser observadas pequenas quantidades de óxido de potássio e óxido de cálcio no feldspato e uma predominância do óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O), o que pode indicar a predominância do feldspato sódico (LIRA et al., 2013).

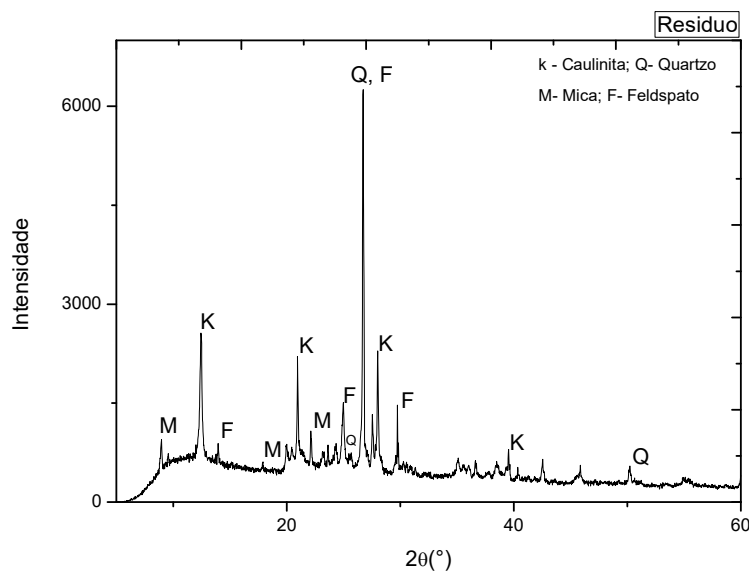
As amostras de caulim e resíduo apresentaram valores de  $Al_2O_3$  de 25,63% e 17,57% respectivamente. E o feldspato apenas 9,87%.

Observa-se baixo teor de óxido de ferro ( $Fe_2O_3$ ) no resíduo, caulim e feldspato, característico das matérias-primas são utilizadas na indústria de cerâmica branca.

Através destes dados pode-se concluir que as amostras estudadas apresentam composição química adequada para aplicação em cerâmica branca de acordo com a literatura (SOUZA SANTOS, 1989).

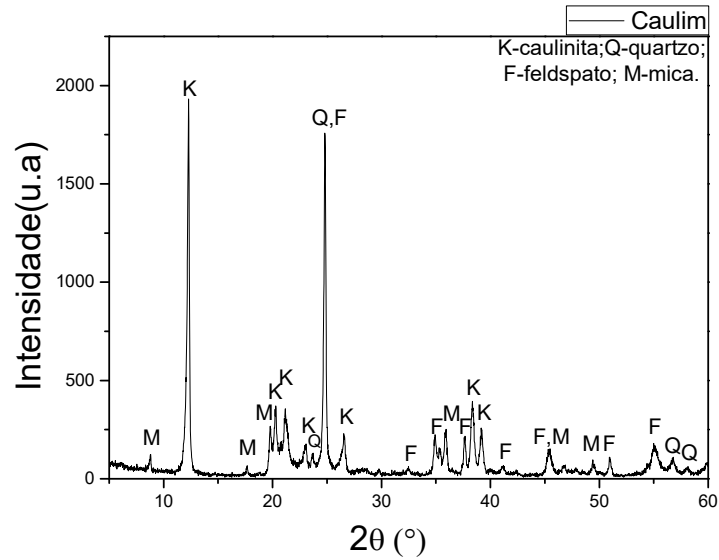
## 5.2 Análise mineralógica

As Figuras 2, 3, 4 apresentam os difratogramas das amostras de resíduo, caulim e feldspato, respectivamente.



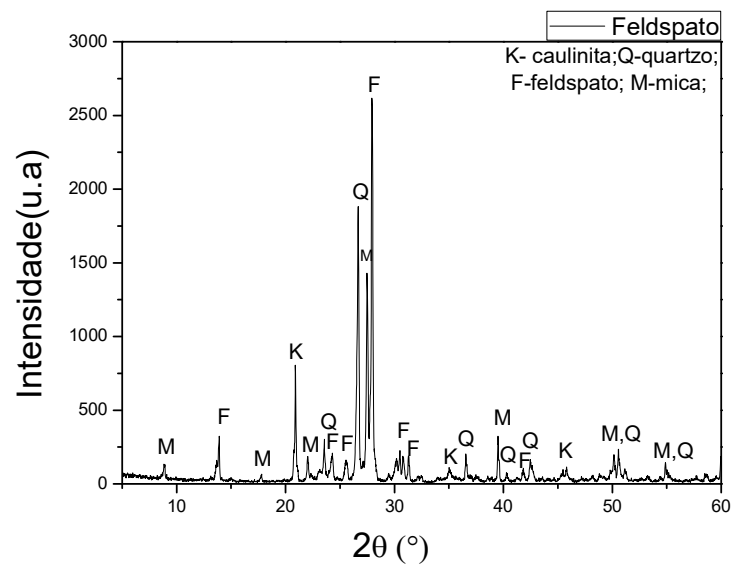
**Figura 2-** Difratograma do resíduo

O difratograma da mostra de resíduo (Figura 2) apresenta picos característicos da presença de caulinita (7,13Å, 4,23Å, 3,18 Å, 2,27 Å), quartzo (3,33Å, 1,82Å), feldspato (3,30Å, 6,37Å, 3,57Å, 2,99Å) e mica (9,80Å, 4,95Å, 4,03Å).



**Figura 3-** Difratograma do caulim

O difratograma da amostra de caulim (Figura 3) apresenta picos característicos da presença da caulinita (7,16Å, 4,34Å, 4,19Å, 3,85Å, 3,35Å, 2,34Å e 2,29Å), quartzo (3,74Å, 3,57Å, 1,62Å e 1,58Å) e feldspato (3,57Å, 2,75Å, 2,57Å, 2,38Å, 2,19 Å, 2,00Å, 1,79Å e 1,66Å. Picos de mica à 10,05Å, 4,99Å, 4,48Å, 2,49Å, 1,99Å e 1,84Å).



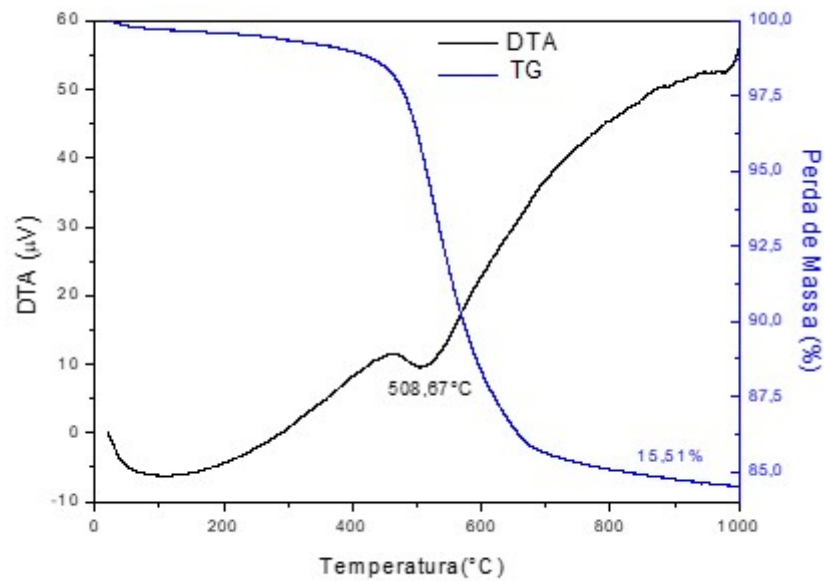
**Figura 4-** Difratograma do feldspato

O difratograma da amostra de feldspato sódico (Figura 4) apresenta picos característicos da presença da caulinita (4,24Å, 2,56Å e 1,97Å), quartzo (3,77Å, 3,33Å,

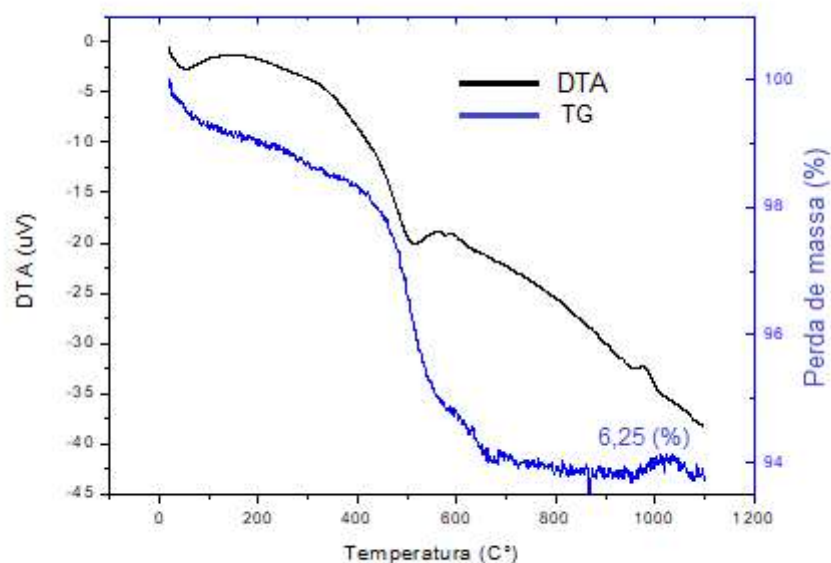
2,45Å, 2,23Å, 2,12Å, 1,80Å e 1,66Å), feldspato (6,40Å, 3,65Å, 3,48Å, 3,18Å, 2,92Å, 2,86Å e 2,15Å) e mica (9,86Å, 4,99Å, 4,04Å, 3,24Å, 2,28Å e 1,82Å).

### 5.3. Análise Térmica (TG/DTA)

Nas figuras 5, 6 e 7 estão apresentadas, simultaneamente, as curvas das análises termogravimétricas (TG) e termodiferenciais (DTA) do caulim, resíduo e feldspato.



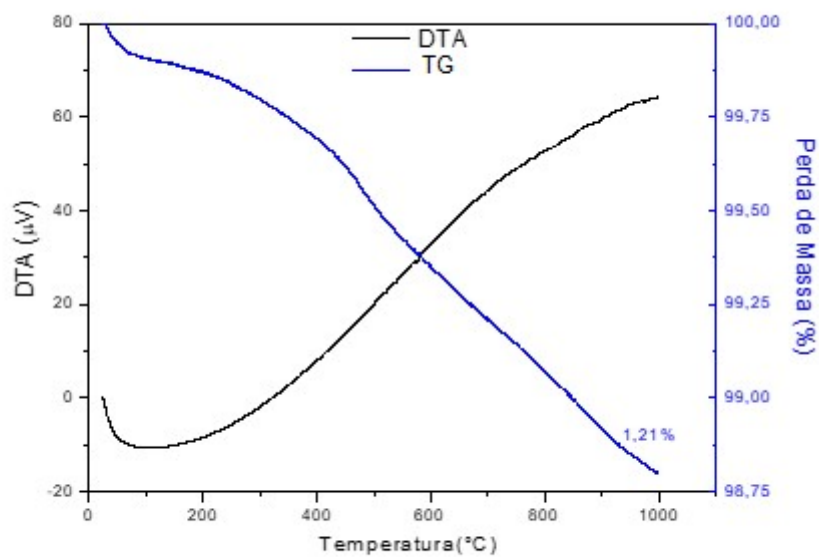
**Figura 5-** Termograma do caulim



**Figura 6-** Termograma do resíduo

As curvas de DTA do resíduo e do caulim (Figuras 5 e 6) apresentam uma banda endotérmico entre as temperaturas de 50 C° e 100 C° característica da perda de água livre e adsorvida, pico endotérmico em torno de 500 C° associado à desidroxilação do material argiloso e início de um pico exotérmico, por volta de 1000 C° associado à nucleação de mulita. Essas curvas são características de materiais cauliniticos.

Observa-se uma perda de massa acentuada de 15,51% para o caulim e de 6,25% para o resíduo. A perda de massa relativamente baixa do resíduo se deve a sua composição química com elevados teores de sílica e alumina. Havendo uma perda contínua de massa desde o início até o final da desidroxilação do material argiloso. Essas perdas de massa são relacionadas à perda de água livre, adsorvida, matéria orgânica e perda de hidroxilas.

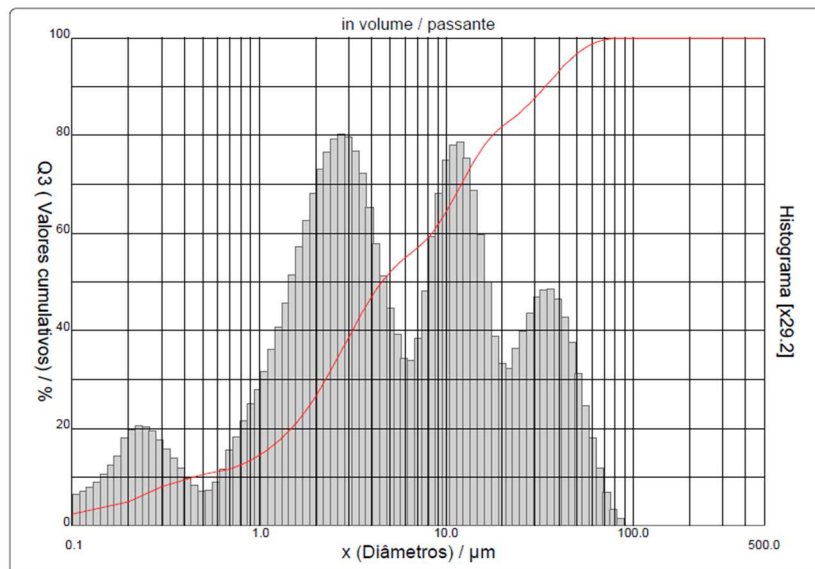


**Figura 7-** Termograma do feldspato

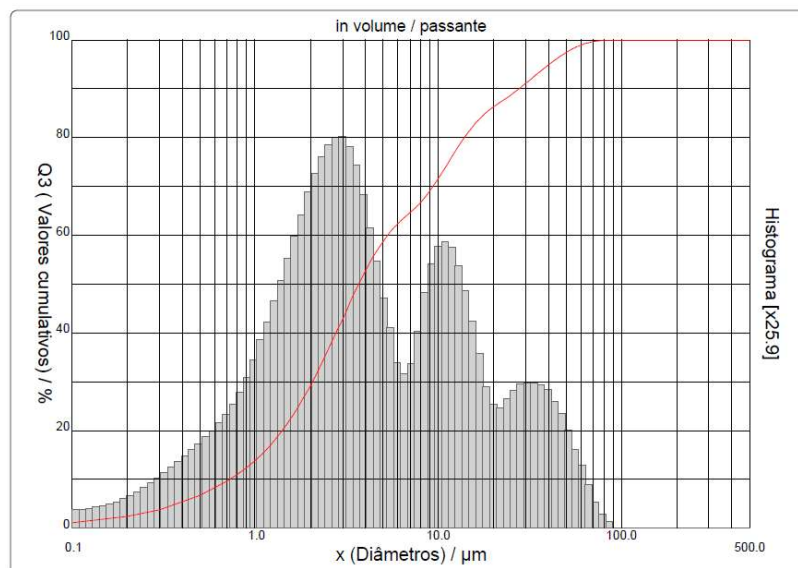
De acordo com a curva de DTA obtida para o feldspato (figura 7) o mesmo não apresenta eventos térmicos de transição. Pela curva de DTG observou-se uma leve perda de massa de 1,21%. Essa perda de massa é provavelmente resultante de água livre ou impurezas presentes na amostra.

#### 5.4. Análise granulométrica a laser

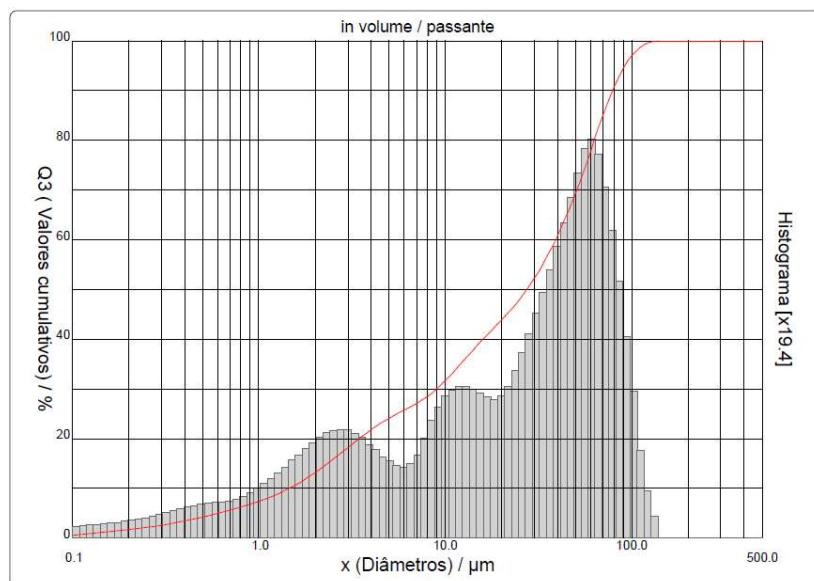
Nas Figuras 5, 6 e 7 e Tabela 4 são apresentados os resultados das análises granulométricas a laser de cada uma das matérias primas utilizadas nesse estudo.



**Figura 8-** Distribuição granulométrica do resíduo



**Figura 9-** Distribuição granulométrica do caulim



**Figura 10-** Distribuição granulométrica do feldspato

**Tabela 3-** Análises granulométricas das amostras de resíduo, caulim e feldspato.

<b>Amostra</b>	<b>Diâmetro médio (μm)</b>	<b>Diâmetro a 50% (μm)</b>	<b>Diâmetro a 90% (μm)</b>	<b>Massa acumulada – diâmetro abaixo de 2 (μm)</b>
<b>Resíduo</b>	11,30	4,54	33,89	26,56
<b>Caulim</b>	9,42	3,68	27,56	29,15
<b>Feldspato</b>	34,21	27,37	78,73	13,16

O resíduo apresenta diâmetro médio de 11,30 μm, diâmetro a 50% de 4,54 μm e 26,56 % da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 2 μm.

O caulim apresenta diâmetro médio de 9,42 μm, diâmetro a 50% de 3,68 μm e 29,15 % da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 2 μm.

O feldspato apresenta diâmetro médio de 34,21 μm, diâmetro a 50% de 27,37 μm e 13,16 % da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 2 μm.

Todas as amostras apresentam comportamento multimodal.

As análises granulométricas da argila, caulim e feldspato estudados apresentam características semelhantes aos tipos padronizados para uso em cerâmica branca segundo dados da literatura (SOUZA SANTOS, 1989).

## 5.5 Caracterização tecnológica

Nas Tabelas 4, 5 e 6 são apresentados os dados obtidos das propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 40MPa, 60MPa e 80MPa respectivamente.

**Tabela 4-** Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 40 MPa

Corpo cerâmico	Resíduo (%)	Caulim (%)	Feldspato (%)	AA (%)	PA (%)	MEA	RLQ (%)	PF (%)	TRF (Mpa)
1.1	100,00	0,00	0,00	0,08	0,19	2,44	9,54	6,33	43,41
1.2				0,12	0,28	2,44	9,47	6,22	37,71
1.3				0,11	0,26	2,46	9,63	6,18	41,01
2.1	65,00	35,00	0,00	1,30	3,15	2,42	10,13	8,61	35,41
2.2				1,35	3,26	2,42	10,09	8,59	37,10
2.3				1,60	3,85	2,41	9,48	8,61	39,85
3.1	65,00	0,00	35,00	0,15	0,34	2,26	7,05	4,12	36,08
3.2				0,16	0,36	2,26	7,17	4,24	33,55
3.3									
4.1	82,50	17,50	0,00	0,15	0,36	2,47	9,88	7,44	46,15
4.2				0,17	0,43	2,47	10,11	7,44	45,71
4.3				0,20	0,50	2,47	10,01	7,44	45,44
5.1	82,50	0,00	17,50	0,17	0,41	2,41	8,56	5,25	36,82
5.2				0,13	0,31	2,38	8,54	5,35	40,63
5.3				0,17	0,41	2,40	8,47	5,38	30,89
6.1	65,00	17,50	17,50	0,30	0,74	2,46	9,12	6,46	29,05
6.2				0,46	1,14	2,49	9,19	6,36	39,76
6.3				0,31	0,77	2,48	8,80	6,34	38,28
7.1	76,67	11,67	11,67	0,19	0,46	2,47	8,94	6,42	39,65
7.2				0,15	0,38	2,46	8,95	6,32	54,81
7.3				0,22	0,55	2,48	8,94	6,33	41,77
8.1	88,33	5,83	5,83	0,10	0,24	2,48	9,79	6,71	44,55
8.2				0,07	0,17	2,52	10,03	6,68	42,79
8.3				0,07	0,17	2,49	9,53	6,73	56,59
9.1	70,83	23,33	5,83	0,35	0,86	2,49	10,13	7,88	47,11
9.2				0,15	0,37	2,53	10,36	7,86	41,58
9.3				0,19	0,47	2,52	10,02	7,91	49,95
10.1	70,83	5,83	23,33	0,09	0,21	2,46	7,94	5,66	41,22
10.2				0,12	0,31	2,47	8,70	5,82	36,61
10.3				0,11	0,28	2,48	7,60	5,72	41,05

De acordo com a Tabela 4 pode-se observar que para os corpos cerâmicos prensados a 40MPa os valores de AA variam de 0,07% a 1,60%. Os valores de PA variam de 0,17% a 3,85%. Os valores de MEA variam de 2,26 a 2,53. Os valores de RLQ variam de 7,05% a 10,36%. Os valores de PF variam de 4,12% a 8,61%. Os valores de TRF variam de 29,05 MPa a 56,59 MPa. Comparando os dados com as

faixas apresentadas na literatura (SOUZA SANTOS, 1989) para a cerâmica branca, observa-se que todos os valores encontram-se dentro das variações apresentadas.

**Tabela 5-** Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 60 MPa

Corpo cerâmico	Resíduo (%)	Caulim (%)	Feldspato (%)	AA (%)	PA (%)	MEA	RLQ (%)	PF (%)	TRF (Mpa)	
1.1	100,00	0,00	0,00	0,09	0,21	2,41	8,30	6,46	42,71	
1.2				0,08	0,19	2,41	8,45	6,43	40,51	
1.3				0,13	0,30	2,41	8,31	6,45	43,23	
2.1	65,00	35,00	0,00	0,83	2,03	2,45	9,16	8,75	33,45	
2.2				0,87	2,13	2,45	8,91	8,89	33,85	
2.3				1,00	2,44	2,43	9,25	8,86	36,64	
3.1	65,00	0,00	35,00	0,07	0,15	2,25	6,28	4,39	38,97	
3.2				0,09	0,22	2,30	5,80	4,43	36,66	
3.3				0,23	0,56	2,48	8,58	7,62	47,25	
4.1	82,50	17,50	0,00	0,26	0,65	2,48	8,71	7,68	49,01	
4.2				0,14	0,34	2,49	8,64	7,65	43,54	
4.3				0,09	0,20	2,37	7,06	5,40	50,63	
5.1	82,50	0,00	17,50	0,03	0,07	2,37	7,34	5,38	36,64	
5.2				0,00	0,00	2,37	6,89	5,37	34,14	
5.3				0,13	0,31	2,46	7,78	6,56	39,22	
6.1	65,00	17,50	17,50	0,39	0,95	2,44	7,94	6,67	37,64	
6.2				0,37	0,90	2,45	7,46	6,65	43,57	
6.3				0,18	0,45	2,46	8,08	6,40	41,15	
7.1	76,67	11,67	11,67	0,16	0,38	2,45	8,26	6,51	39,93	
7.2				0,06	0,14	2,47	8,19	6,46	44,64	
7.3				0,01	0,02	2,49	9,04	6,87	46,53	
8.1	88,33	5,83	5,83	0,00	0,00	2,48	8,84	6,79	41,84	
8.2				0,00	0,00	2,48	9,14	6,87	48,57	
8.3				0,03	0,07	2,51	9,13	8,05	45,00	
9.1	70,83	23,33	5,83	0,04	0,10	2,51	8,97	8,01	37,40	
9.2				0,03	0,07	2,51	9,12	7,98	36,04	
9.3				0,02	0,05	2,42	7,43	5,87	34,49	
10.1	70,83	5,83	23,33	0,08	0,19	2,41	7,80	6,49	40,77	
10.2										
10.3										

De acordo com a Tabela 5 pode-se observar que para os corpos cerâmicos prensados a 60MPa os valores de AA variam de 0% a 1%. Os valores de PA variam de 0,05% a 2,44%. Os valores de MEA variam de 2,25g/cm<sup>3</sup> a 2,51g/cm<sup>3</sup>. Os valores de RLQ variam de 5,80% a 9,25%. Os valores de PF variam de 4,39% a 8,89%. Os valores de TRF variam 34,49MPa a 50,63MPa. Comparando os dados com as faixas apresentadas na literatura (SOUZA SANTOS, 1989) para a cerâmica branca, observa-se que todos os valores encontram-se dentro das variações apresentadas.

**Tabela 6-** Propriedades tecnológicas (AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF) para os corpos cerâmicos prensados a 80 MPa

Corpo cerâmico	Resíduo (%)	Caulim (%)	Feldspato (%)	AA (%)	PA (%)	MEA	RLQ (%)	PF (%)	TRF (Mpa)
1.1	100,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,42	7,37	6,56	38,28
1.2				0,00	0,00	2,45	7,29	6,52	25,54
1.3				0,02	0,05	2,43	7,38	6,71	41,37
2.1	65,00	35,00	0,00	0,50	1,28	2,56	8,44	8,87	39,15
2.2				0,60	1,50	2,50	8,02	8,95	28,78
2.3				0,55	1,37	2,51	8,57	8,93	27,94
3.1	65,00	0,00	35,00	0,09	0,21	2,24	5,57	4,55	38,10
3.2				0,10	0,22	2,28	5,39	4,59	32,30
3.3				0,03	0,07	2,55	8,32	7,74	38,91
4.1	82,50	17,50	0,00	0,00	0,00	2,54	8,25	7,62	40,21
4.2				0,03	0,07	2,54	8,20	7,73	33,58
4.3				0,00	0,00	2,41	6,63	5,59	30,85
5.1	82,50	0,00	17,50	0,06	0,14	2,41	6,65	5,53	29,59
5.2				0,00	0,00	2,40	6,32	5,53	28,40
5.3				0,06	0,14	2,45	7,55	6,59	40,69
6.1	65,00	17,50	17,50	0,09	0,21	2,45	7,44	6,66	37,50
6.2				0,02	0,05	2,47	7,21	6,70	38,41
6.3				0,00	0,00	2,46	7,15	6,59	44,64
7.1	76,67	11,67	11,67	0,00	0,00	2,47	7,39	6,53	37,95
7.2				0,00	0,00	2,46	7,42	6,63	35,70
7.3				0,00	0,00	2,48	8,26	6,87	40,60
8.1	88,33	5,83	5,83	0,00	0,00	2,49	7,95	6,89	40,80
8.2				0,03	0,07	2,49	7,92	6,98	33,32
8.3				0,01	0,02	2,53	8,14	8,15	39,47
9.1	70,83	23,33	5,83	0,01	0,02	2,53	8,60	8,11	45,92
9.2				0,00	0,00	2,53	8,65	8,16	34,83
9.3				-	-	-	-	-	-
10.1	70,83	5,83	23,33	0,02	0,05	2,42	7,37	5,92	34,95
10.2				0,04	0,09	2,43	7,12	5,97	36,19
10.3				-	-	-	-	-	-

De acordo com Tabela 6 pode-se observar que para os corpos cerâmicos prensados a 80MPa os valores de AA variam de 0% a 0,60%. Os valores de PA variam de 0% a 1,50%. Os valores de MEA variam de 2,24g/cm<sup>3</sup> a 2,51g/cm<sup>3</sup>. Os valores de RLQ variam de 5,39% a 8,65%. Os valores de PF variam de 4,55% a 8,95%. Os valores de TRF variam de 25,54MPa a 45,92MPa. Comparando os dados com as faixas apresentadas na literatura (SOUZA SANTOS, 1989) para a cerâmica branca, observa-se que todos os valores encontram-se dentro das variações apresentadas.

## 5.6 Análise de variância

Os resultados obtidos para as propriedades da tabela 4, 5 e 6 foram obtidos mediante a técnica de delineamento de misturas e análise de superfícies de respostas.

A partir dos resultados obtidos em replicatas foi possível gerar equações de regressão de acordo com vários modelos, correlacionando as proporções das matérias-primas na composição com os parâmetros AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF, escolhendo-se as equações que apresentaram significância estatística nível de 95% de confiança.

Os modelos matemáticos correlacionando os valores de AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF com as proporções de resíduo, caulim e feldspato e avaliando as pressões de prensagem de 40; 60 e 80 MPa, são apresentadas na Tabela 7.

**Tabela 7-** Equações decodificadas correlacionando os valores de AAx, PAx, MEAx, RLQx, PFx e TRFx com as proporções dos componentes: resíduo, caulim e feldspato. Onde x representa a pressão de prensagem nas condições de 40; 60 e 80 MPa.

$AA_{40} = 0,142R^*_{(\pm 0,061)} + 0,298F^*_{(\pm 0,253)} + 16,484C^*_{(\pm 1,703)} - 19,860RC^*_{(\pm 2,552)} - 15,336CF^*_{(\pm 2,655)}$
$PA_{40} = 0,348R^*_{(\pm 0,146)} + 0,455F^*_{(\pm 0,167)} + 3,245C^*_{(\pm 0,163)} - 5,845RC^*_{(\pm 0,751)} - 4,397CF^*_{(\pm 0,782)}$
$MEA_{40} = 2,44R^*_{(\pm 0,01)} + 0,69F^*_{(\pm 0,39)} + 1,27C^*_{(\pm 0,36)} + 1,68RC^*_{(\pm 0,55)} + 1,94RF^*_{(\pm 0,57)} + 5,08CF^*_{(\pm 0,57)}$
$RLQ_{40} = 9,76R^*_{(\pm 0,15)} + 11,29C^*_{(\pm 0,56)} + 2,69F^*_{(\pm 0,61)}$
$PF_{40} = 6,39R^*_{(\pm 0,09)} + 13,01C^*_{(\pm 0,33)} + 0,65F^*_{(\pm 0,36)}$
$TRF_{40} = 41,48R^*_{(\pm 2,49)} - 183,87C^*_{(\pm 69,60)} + 21,22F^*_{(\pm 10,38)} + 327,86RC^*_{(\pm 104,49)} + 156,11RCF^*_{(\pm 161,55)}$
$AA_{60} = 0,0861R^*_{(\pm 0,067)} + 0,050F^*_{(\pm 0,284)} + 9,700C^*_{(\pm 1,885)} - 11,507RC^*_{(\pm 2,824)} - 8,311CF^*_{(\pm 2,942)}$
$PA_{60} = 0,195R^*_{(\pm 0,04)} + 2,72F^*_{(\pm 0,96)} + 1,86C^*_{(\pm 0,96)} - 4,17RF^*_{(\pm 1,44)} - 3,01RC^*_{(\pm 1,44)} - 2,33FC^*_{(\pm 1,44)}$
$MEA_{60} = 2,41R^*_{(\pm 0,01)} + 2,44C^*_{(\pm 0,01)} + 2,28F^*_{(\pm 0,01)} + 0,28RC^*_{(\pm 0,05)} + 0,15RF^*_{(\pm 0,06)} + 0,41CF^*_{(\pm 0,06)}$
$RLQ_{60} = 8,43R^*_{(\pm 0,14)} + 9,16C^*_{(\pm 0,14)} + 6,11C^*_{(\pm 0,16)} + 18,87RCF^*$
$PF_{60} = 6,52R^*_{(\pm 0,11)} + 13,36C^*_{(\pm 0,40)} + 0,95C^*_{(\pm 0,44)}$
$TRF_{60} = 35,46R^*_{(\pm 2,83)} + 77,45F^*_{(\pm 11,75)} + 7,93C^*_{(\pm 11,75)} + 376,10RCF^*_{(\pm 138,66)}$
$AA_{80} = 0,012R^*_{(\pm 0,028)} + 7,135C^*_{(\pm 0,799)} + 0,249F^*_{(\pm 0,121)} - 8,749RC^*_{(\pm 1,197)} - 9,118CF^*_{(\pm 1,247)}$
$PA_{80} = 0,033R^*_{(\pm 0,071)} + 17,978C^*_{(\pm 1,988)} + 0,572C^*_{(\pm 1,988)} - 22,053RC^*_{(\pm 2,979)} - 22,753RF^*_{(\pm 3,103)}$
$MEA_{80} = 2,43R^*_{(\pm 0,01)} + 1,44C^*_{(\pm 0,26)} + 0,79F^*_{(\pm 0,27)} + 1,93RC^*_{(\pm 0,38)} + 1,80RF^*_{(\pm 0,40)} + 1,86FC^*_{(\pm 0,40)}$
$RLQ_{80} = 7,47R^*_{(\pm 0,17)} - 1,42C^*_{(\pm 4,64)} + 2,21F^*_{(\pm 0,70)} + 17,52RC^*_{(\pm 6,96)} + 18,76CF^*_{(\pm 7,25)}$
$PF_{80} = 6,65R^*_{(\pm 0,08)} + 13,29C^*_{(\pm 0,28)} + 0,82F^*_{(\pm 0,32)}$
$TRF_{80} = 36,26R^*_{(\pm 2,13)} + 31,40C^*_{(\pm 8,80)} + 23,91F^*_{(\pm 9,99)} + 244,123RCF^*_{(\pm 107,72)}$

Sendo C, F e R – proporções dos componentes caulim, feldspato e resíduo respectivamente.

\*Estatisticamente significativo ao nível de confiança de 95%.

A Tabela 7 apresenta os parâmetros estatísticos para os modelos ajustados e apresentados na Tabela 8. Os modelos foram analisados com os dados experimentais obtidos em replicatas.

**Tabela 8-** Estatísticas relevantes para a análise de variância das variáveis AAx, PAx, MEAx, RLQx, PFx e TRFx para as matérias-primas: caulim, feldspato e resíduo. Onde x representa a pressão de prensagem nas condições de 40; 60 e 80 MPa.

Variáveis	Modelo	Teste $F_{\text{Calculado}}$	Valor de p	$R^2$	$F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$
AA <sub>40</sub>	Quadrático	68,6030	0,0000	0,9196	24,6773
PA <sub>40</sub>	Quadrático	69,1607	0,0000	0,9202	24,8779
MEA <sub>40</sub>	Quadrático	28,2274	0,0000	0,8599	10,6922
RLQ <sub>40</sub>	Linear	79,8721	0,0000	0,8600	23,7009
PF <sub>40</sub>	Linear	433,9415	0,0000	0,9709	128,7660
TRF <sub>40</sub>	Cúbico especial	7,1059	0,0006	0,4658	2,5561
AA <sub>60</sub>	Quadrático	21,6941	0,0000	0,7905	7,7479
PA <sub>60</sub>	Quadrático	21,7593	0,0000	0,7910	7,7712
MEA <sub>60</sub>	Quadrático	43,1647	0,0000	0,9075	16,2273
RLQ <sub>60</sub>	Cúbico Especial	69,2965	0,0000	0,8965	23,0221
PF <sub>60</sub>	Linear	297,1741	0,0000	0,9596	87,6620
TRF <sub>60</sub>	Quadrático	6,4147	0,0024	0,4450	2,1311
AA <sub>80</sub>	Quadrático	54,7994	0,0000	0,9050	19,5712
PA <sub>80</sub>	Quadrático	56,3032	0,0000	0,9073	20,8083
MEA <sub>80</sub>	Quadrático	82,2349	0,0000	0,9492	30,9154
RLQ <sub>80</sub>	Quadrático	39,7680	0,0000	0,8737	14,2029
PF <sub>80</sub>	Quadrático	580,5793	0,0000	0,9789	171,2623
TRF <sub>80</sub>	Quadrático	1,8329	0,1681	0,1864	0,6089

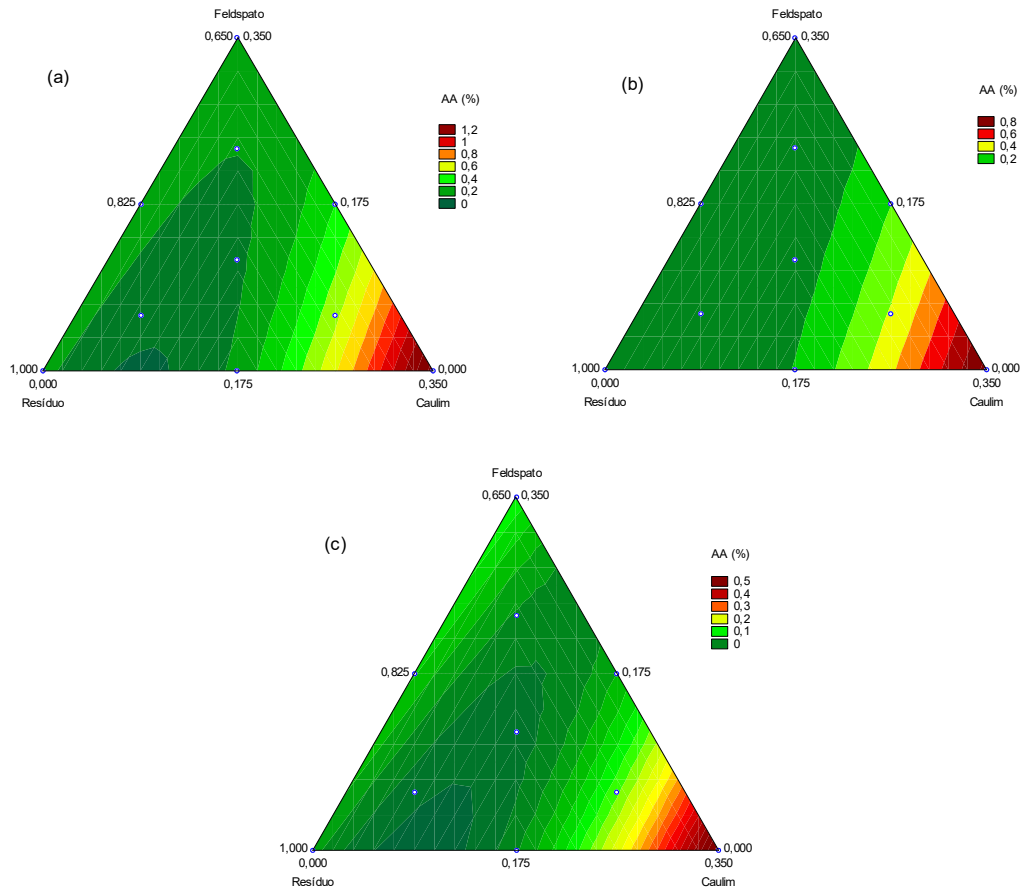
$R^2$  – coeficiente de múltipla determinação,  $F_{\text{cal}}/F_{\text{tab}}$  razão entre o teste  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  a 95% de confiança.

**Tabela 9-** Resultados dos testes de falta de ajuste para as variáveis estudadas para as matérias-primas: caulim, feldspato e resíduo

Variáveis	Modelo	Teste $F_{\text{calculado}}$ para a falta de ajuste	$F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$ para a falta de ajuste	Valor de p
AA <sub>40</sub>	Quadrático	10,4197	3,8028	0,0000
PA <sub>40</sub>	Quadrático	10,2232	3,7311	0,0000
MEA <sub>40</sub>	Quadrático	20,5749	7,0948	0,0000
RLQ <sub>40</sub>	Linear	4,4087	1,7357	0,0046
PF <sub>40</sub>	Linear	50,4811	19,8744	0,0000
TRF <sub>40</sub>	Cúbico especial	0,4105	0,1498	0,8355
AA <sub>60</sub>	Quadrático	13,7342	4,9582	0,0000
PA <sub>60</sub>	Quadrático	14,0490	5,0718	0,0000
MEA <sub>60</sub>	Quadrático	16,2249	5,5375	0,0000
RLQ <sub>60</sub>	Cúbico especial	9,1002	3,4211	0,0001
PF <sub>60</sub>	Linear	14,9275	5,7859	0,0000
TRF <sub>60</sub>	Quadrático	0,5003	0,1881	0,7999
AA <sub>80</sub>	Quadrático	14,3126	5,1670	0,0000
PA <sub>80</sub>	Quadrático	16,2222	5,8564	0,0000
MEA <sub>80</sub>	Quadrático	3,6180	1,2348	0,0247
RLQ <sub>80</sub>	Quadrático	11,1141	4,0123	0,0000
PF <sub>80</sub>	Quadrático	33,2946	12,9049	0,0000
TRF <sub>80</sub>	Quadrático	1,2610	0,4741	0,3232

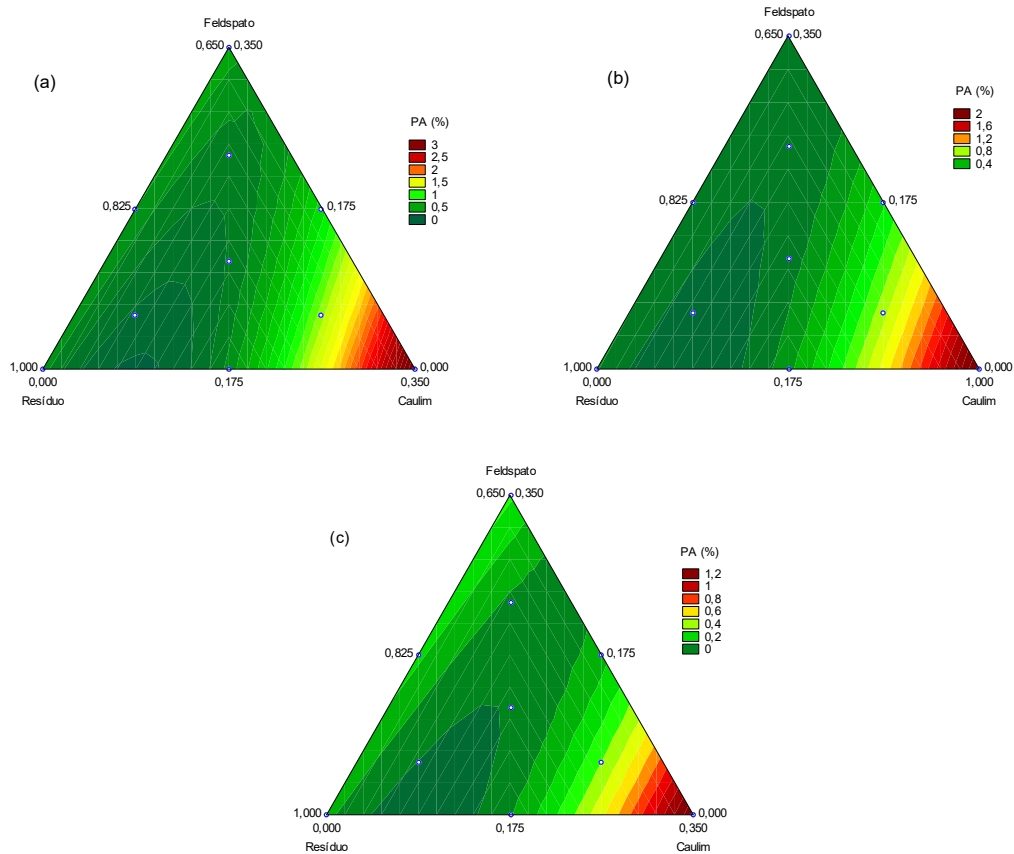
## 5.7 Superfícies de respostas

As Figuras 11, 12, 13, 14, 15 e 16 apresentam as projeções das superfícies de respostas obtidas para AA, PA, MEA, RLQ, PF e TRF, respectivamente. Nelas é possível analisar a resposta da influência de cada matéria-prima nas propriedades tecnológicas e o efeito da pressão de prensagem nessas mesmas propriedades.



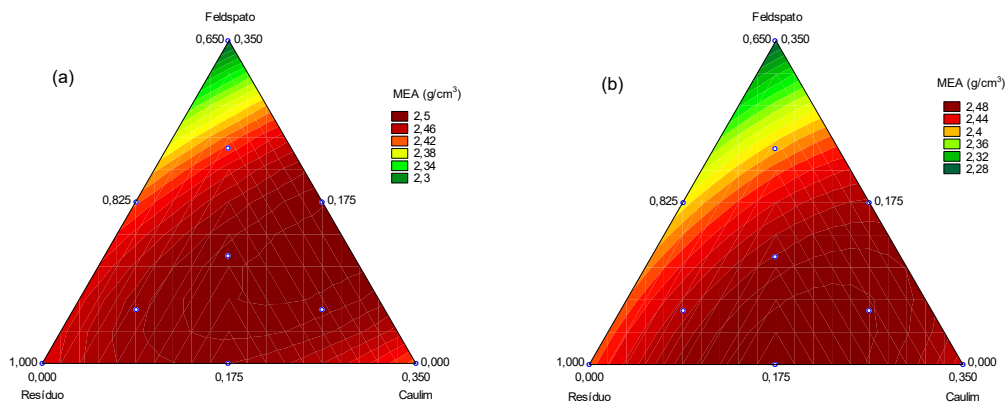
**Figura 11-** Projeções das superfícies de respostas para AA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

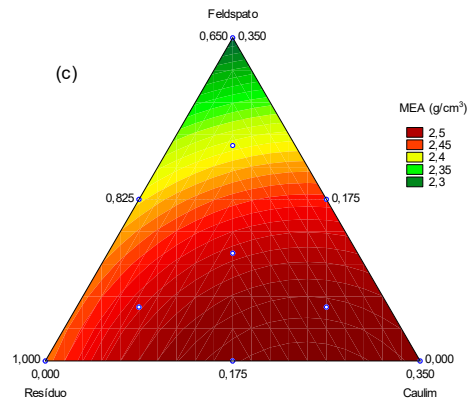
Analisando as projeções das superfícies de resposta obtidas para AA (Figura 11) observa-se que os menores valores se encontram em regiões próximas a composição binária de resíduo e feldspato. Esse comportamento já era esperado visto que o feldspato é formador de fases líquidas que ajudam no preenchimento dos poros diminuindo a absorção de água. Com o aumento da pressão de prensagem a absorção de água decresce. Esse decréscimo se deve a redução da porosidade causada por pressões mais elevadas.



**Figura 12-** Projeções das superfícies de respostas para PA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

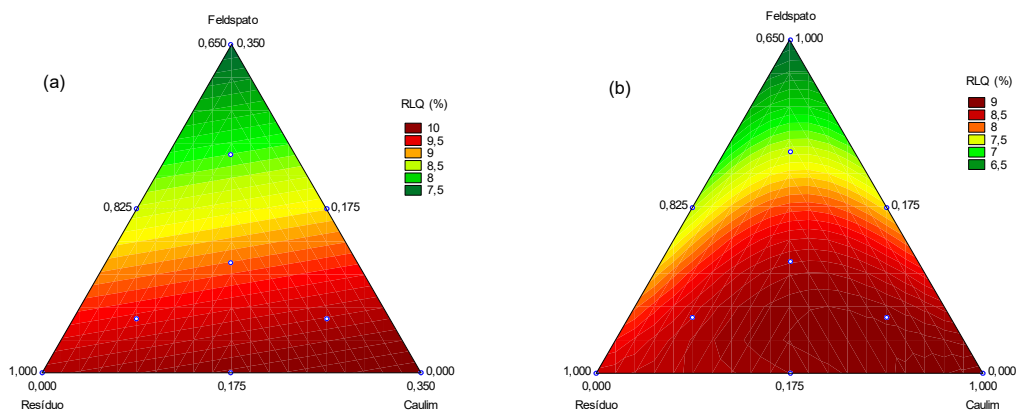
Analisando as projeções das superfícies de respostas obtidas para PA (Figura 12) observa-se que os menores valores se encontram em regiões mais próximas das composições binárias de resíduo e feldspato. O que corrobora com os dados obtidos para AA sabendo-se que quando os valores de PA são elevados, os valores de AA também tendem a ser e vice-versa. Com o aumento da pressão de prensagem a porosidade é reduzida devido a maior compactação e eliminação de uma maior quantidade de vazios quando essas pressões são mais elevadas.

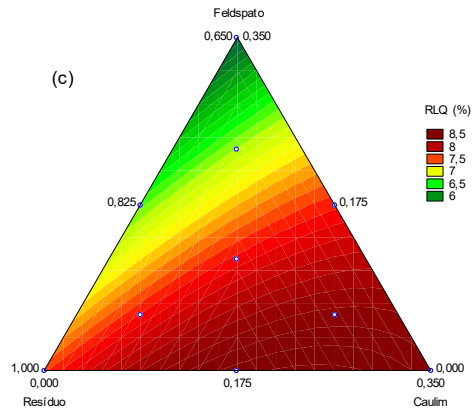




**Figura 13-** Projeções das superfícies de respostas para MEA das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

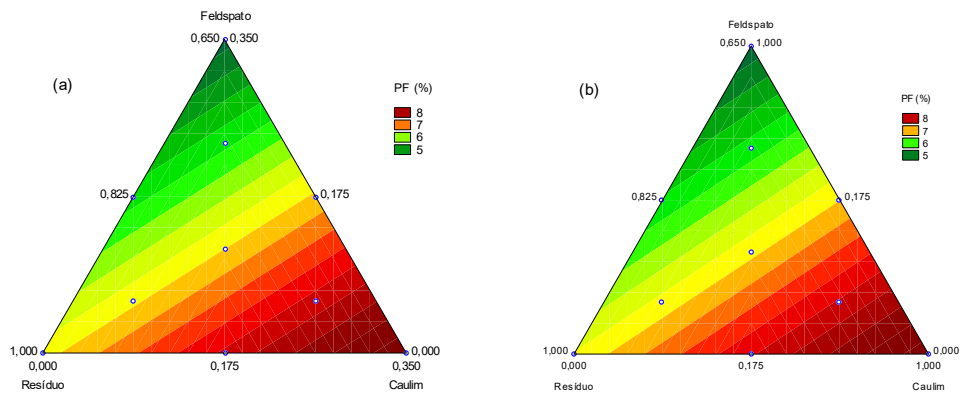
Analisando as projeções das superfícies de resposta obtidas para a MEA (Figura 13) observa-se que os menores valores encontram-se em regiões onde o teor de feldspato é mais elevado e tendem a ser maiores em regiões mais próximas as composições binárias de resíduo e caulim. Com o aumento da pressão de prensagem não foram detectadas grandes variações nos valores de MEA, porém percebe-se uma tendência de deslocamento das regiões com os maiores valores para as composições mais ricas em caulim.

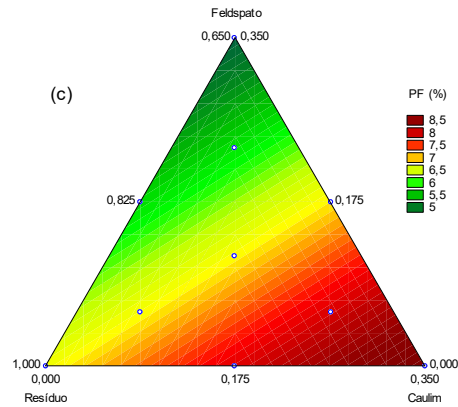




**Figura 14-** Projeções das superfícies de respostas para RLQ das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

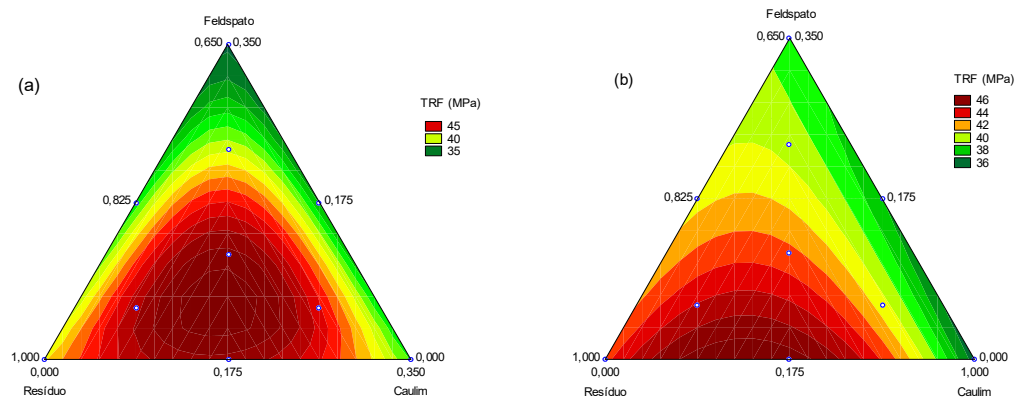
Analisando as projeções das superfícies de respostas para a RLQ (Figura 14) observa-se que os menores valores encontram-se em regiões onde o teor de feldspato é mais elevado e tendem a ser maiores em regiões mais próximas as composições binárias de resíduo e caulim. Esse comportamento era esperado visto que quando a MEA aumenta o RLQ também aumenta. Observa-se ainda uma diminuição da RLQ à medida que a pressão de prensagem aumenta.

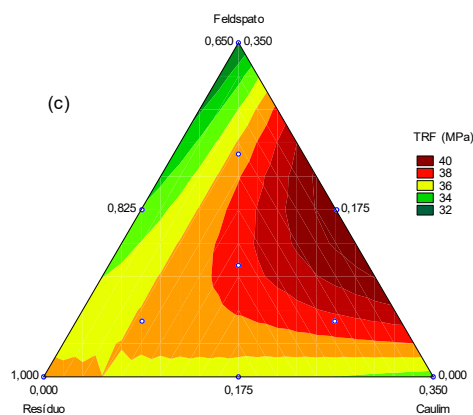




**Figura 15-** Projeções das superfícies de respostas para PF das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

Analisando as projeções das superfícies de resposta para a PF (Figura 15) observa-se que os menores valores de perda ao fogo localizam-se em regiões onde o teor de feldspato é mais elevado e os maiores nas regiões de composição binária de resíduo e caulim. Esse resultado está de acordo com a análise térmica mostrada anteriormente pois o caulim e o resíduo passam por eventos de transição térmica, enquanto o feldspato não. A perda ao fogo não varia com o aumento da pressão de prensagem.





**Figura 16** - Projeções das superfícies de respostas para TRF das amostras prensadas a 40 MPa (a); 60 MPa (b) e 80 MPa (c).

Analisando as projeções das superfícies de respostas obtidas para TRF (Figura 16) observa-se que os maiores valores encontram-se em regiões de composição ternária para os corpos prensados a 40 e 60 MPa. Os valores de TRF se apresentaram maiores para os corpos prensados a 60 MPa, porém em regiões mais estreitas de composição em relação aos prensados em 40 MPa. Já os corpos prensados a 80 MPa não apresentaram uma projeção de superfície de resposta que fosse possível tirar conclusões assertivas visto que a análise estatística mostra que a equação de regressão não foi significativa e apresentou uma elevada falta de ajuste.

## 6. Conclusões

As matérias-primas apresentaram características físicas, químicas e mineralógicas de amostras comumente utilizadas para cerâmica branca. Comparando os dados obtidos para AA, PA, DA, RLQ e TRF com as faixas apresentadas na literatura para cerâmica branca, observa-se que todos os valores encontram-se dentro das variações apresentadas.

Após avaliar os efeitos de diferentes composições de matérias-primas da indústria de cerâmica branca (caulim e feldspato) e do resíduo cerâmico nas propriedades tecnológicas obtidas, dentro da faixa dos níveis estudados, pode-se concluir que:

- os valores de AA e PA são menores em composições mais ricas em feldspato e tendem a diminuir com o aumento da pressão de prensagem;

- os valores de PF são menores em composições com teores mais elevados de feldspato, tendo em vista que o feldspato não passa por eventos de transição térmica. E tende a se manter na média com o aumento da pressão de prensagem;
- os valores de MEA e RLQ são menores em composições mais ricas em feldspato. Com o aumento da pressão de prensagem a MEA não apresenta variações substanciais, enquanto a RLQ tende a diminuir, e
- os valores de TRF aumentam com a elevação da pressão de prensagem.

Em geral o aumento da pressão de prensagem contribuiu para a redução de AA, PA, MEA e RLQ. Os valores de PF não apresentaram variação considerável. A resistência mecânica aumentou quando a pressão de prensagem aumentou de 40 MPa para 60 MPa.

## 7. Referências bibliográficas

ABE, H.; NAITO, M.; HOTTA, T.; SHINOHARA, N.; UEMATSU, K. **Flaw size distribution in high-quality alumina**. J. Am. Ceram. Soc., v. 86, n. 6, p. 10191021, 2003.

Abreu, E.M.X., **Estudo da influência de diferentes gessos produzidos na região Nordeste do Brasil para a fabricação de moldes utilizados na indústrias de louças sanitárias**, Dissertação de Mestrado, UFPE. Orientador: Yogendra Prasad Yadaya. 2005.

AMORÓS, J.L.A. **A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial: Parte I: o preenchimento das cavidades do molde**. Revista Cerâmica Industrial, São Paulo, v.5, n.5, p.23-28, set./out. 2000.

Barros Neto, B., Scarminio, J.S. & Bruns, R.E., **Planejamento e Otimização de Experimentos**, 4ª Edição, Editora UNICAMP, Campinas, SP, 2010.

Bernasconia A., Marinonia N., Pavesea A., Francesconc F., Young K., **Feldspar and firing cycle effects on the evolution of sanitary-ware vitreous body**, Ceramics International 40, 6389–6398 (2014).

Boschi, A.O.; Zauber, R.T. **Avaliação de uma metodologia para a formulação de massas para produtos cerâmicos – Parte II**. Cerâmica Industrial, 10, 15-22 (2005).

Cartaxo J.M., Bastos P.M., Santana L. N. L., Menezes R. R., Neves G. A., Ferreira H. C., **Estudo de novas ocorrências de argilas plásticas (ball clays) do Nordeste do Brasil para uso em cerâmicas refratárias**, Cerâmica 62, 338-344 (2016).

Cavalcanti, W.F. V., **Aproveitamento de resíduos cerâmicos da indústria de louça sanitária para a produção de massas de revestimento cerâmico**, Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica), UFPE, Recife, 2005.

Cornell, J.A., **Experiments with Mixtures: Designs, Models and the Analysis of Mixture Data**, 3rd edition, New York: John Wiley & Sons, 1990.

Coronado, M., Segadães, A.M., Andrés A., **Using mixture design of experiments to assess the environmental impact of clay-based structural ceramics containing foundry wastes**, *Journal of Hazardous Materials* 299, 529–539 (2015).

Correia S.L., Dienstmann G., Folgueras M.V., Segadães A.M., **Effect of quartz sand replacement by agate rejects in triaxial porcelain**, *J. Hazard. Mater.* 163, 315–322 (2009).

Correia S.L., Hotza D., Segadães A.M., **Predicting porosity content in triaxial porcelain bodies as a function of raw materials contents**, *J. Mat. Sci.* 43, 696–701 (2008).

Correia, S.L. **Desenvolvimento de metodologia de formulação de massas cerâmicas triaxiais utilizando delineamento de misturas e otimização**. Tese de Doutorado, UFSC, 2003.

G.Echeverrigaray S.G., Emiliano J.V., Segadães A.M., Cruz R.C.D., **Low-valued raw materials challenge the common eligibility criteria for triaxial ceramics**, *Ceramics International*, 42, 10671–10681 (2016).

González I., Campos P., Barba-Brioso C., Romero A., Galán E., Mayoral E., **A proposal for the formulation of high-quality ceramic green materials with traditional raw materials mixed with Al-clays**, *Applied Clay Science* 131, 113–123 (2016).

H. L. Lira e G. A. Neves, **Feldspatos: Conceitos, Estrutura Cristalina, Propriedades Físicas, Origem e Ocorrências, Aplicações, Reservas e Produção**, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, 8, 110-117 (2013).

J. M. S. Moreira, J. P. V. T. Manhães, J. N. F. Holanda., **Reaproveitamento de resíduo de rocha ornamental proveniente do Noroeste Fluminense em cerâmica vermelha**, *cerâmica* 51, 180-186 (2005)

Kazmi S.M.S., Abbas S., Saleem M.A., Munir M.J., Khitab A., **Manufacturing of sustainable clay bricks: Utilization of waste sugarcane bagasse and rice husk ashes**, *Construction and Building Materials* 120, 29–41 (2016).

L. C. Tanno, J. F. M. Motta, **Panorama Setorial - Minerais Industriais**, *Cerâmica Industrial* 5, 37-40 (2000).

M. Coronado, A.M. Segadães, A. Andrés, **Combining mixture design of experiments with phase diagrams in the evaluation of structural ceramics containing foundry by-products**, *Appl. Clay Sci.* 101, 390–400 (2014).

Menezes R.R., Farias F., Oliveira M.F., Santana L.N.L., Neves G.A., Lira H.L., Ferreira H.C., **Kaolin processing waste applied in the manufacturing of ceramic tiles and mullite bodies**, *Waste Manage. Res.* 27, 78–86 (2009).

Menezes R.R., Neto H.G.M., Santana L.N.L., Lira H.L., Ferreira H.S., Neves G.A., **Optimization of wastes content in ceramic tiles using statistical design of mixture experiments**, J. Eur. Ceram. Soc. 28, 3027–3039 (2008).

Ozel E., Ay N., Putun E., **Effects of electrolytes on sanitaryware slip**, Am. Ceram. Soc. Bull. 78, 73–75 (1999).

P. Souza Santos, **Ciência e Tecnologia de Argilas**, Ed. Edgard Blucher, V2, São Paulo (1989).

Phonphuak N., Kanyakam S., Chindaprasirt P., **Utilization of waste glass to enhance physical–mechanical properties of fired clay brick** Journal of Cleaner Production Volume 112, Part 4, Pages 3057–3062 (2016).

Pisciella, P., Crisucci, S., Karamanov, A., Pelino, M., **Chemical Durability of Glasses Obtained by Vitrification of Industrial Wastes**, Waste Management, Elsevier Science Ltd., Volume 21, Issue 1, 1–9 (2001).

Santos, A.A. **Estudo das variáveis no processo de compactação de pós à base de alumina**. Dissertação de mestrado, IPEN/USP, 2012. Orientador: Prof Dr. Luis Antonio Genova.

Shinohara, N.; Okumiya, M.; Hotta, T.; Nakahira, K.; Naito, M.; Uematsu, K. **Formation mechanisms of processing defects and their relevance to the strength in alumina ceramics made by powder compaction process**. Journal of Materials Science, v. 34, n. 17, p. 4271-4277, 1999

Silva, A.C., Mello Castanho, S.R.H., **Silicate glasses obtained from fine sílica powder modified with galvanic waste addition**. J. Non-Crystalline Solids 348, 211-217 (2004).

Silva, H. C., **Delineamento de misturas aplicado a formulações cerâmicas multicomponentes**, Tese (Mestrado em Engenharia de materiais), UFSC, Florianópolis, 2006.

Uematsu, K. **Immersion microscopy for detailed characterization of defects in ceramics powders and green bodies**. Powder Technology, v. 88, n. 3, p. 291–298, 1996

Walker, J.; JR, W.; Reed, S. J.; Verma, S. K. **Influence of granule character on strength and Weibull modulus of sintered alumina**. J. Am. Ceram. Soc., v. 82, n.1, p. 50-56, 1999

Wiemes, L., Pawlowsky U. e Mymrin V., **Incorporation of industrial wastes as raw materials in brick's Formulation**. Journal of Cleaner Production 142, 69-77 (2017).

Xu, G.R., Zou, J.L., Li, G.B., **Stabilization of heavy metals in ceramsite made with sewage sludge**, Journal of Hazardous Materials Volume 152, Issue 1, 21, 56–61 (2008)