



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA

CENTRO DE TECNOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA
DE MATERIAIS- PPCEM

Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE COMPOSIÇÃO E
PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE CORPOS
CERÂMICOS POROSOS OBTIDOS A PARTIR DO RESÍDUO DO
POLIMENTO DO PORCELANATO**

JOÃO PESSOA

2021

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE COMPOSIÇÃO E
PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE CORPOS
CERÂMICOS POROSOS OBTIDOS A PARTIR DO RESÍDUO DO
POLIMENTO DO PORCELANATO**

Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes

**Dissertação de mestrado
apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais da Universidade
Federal da Paraíba, para fins de
obtenção do título de Mestre em
Ciências e Engenharia de Materiais.**

Orientadora – Profa. Dra. Lizabetha Fernanda Araújo Campos.

Coorientador- Prof. Dr. Ricardo Peixoto Suassuna Dutra

JOÃO PESSOA – PB

2021

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

M543e Menezes, Raquel Rodrigues do Nascimento.

Estudo da influência de variáveis de composição e processamento nas propriedades de corpos cerâmicos porosos obtidos a partir do resíduo do polimento do porcelanato / Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes. - João Pessoa, 2021.

100 f. : il.

Orientação: Lízandra Campos.

Coorientação: Ricardo Dutra.

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

1. Engenharia de materiais. 2. Resíduos. 3. Planejamento experimental. 4. Cerâmica. I. Campos, Lízandra. II. Dutra, Ricardo. III. Título.

UFPB/BC

CDU 620.1(043)

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE COMPOSIÇÃO E
PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE CORPOS
CERÂMICOS POROSOS OBTIDOS A PARTIR DO RESÍDUO DO
POLIMENTO DO PORCELANATO**

Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes

Dissertação, defendida e aprovada em janeiro de 2021 pela banca
examinadora constituída dos membros:

Profa. Dra. Lizabetha Fernanda Araújo Campos
Orientadora UFPB

Prof. Dr. Ricardo Peixoto Suassuna Dutra
Examinador Interno UFPB- PPCEM

Prof. Dr. Daniel Araújo de Macedo
Examinador Interno UFPB- PPCEM

Profa. Dra. Maria Roseane de Pontes Fernandes
Examinador Externo UFPB- DEMAT

Prof. Dr. João Paulo de Freitas Grilo
Examinador Externo UA - DEMAC

Se o Senhor não edificar a casa, em vão trabalham os que edificam;
se o Senhor não guardar a cidade, em vão vigia a sentinela.
(Bíblia sagrada- Salmos 127:1)

Dedico esta dissertação aos meus pais, Mônica Menezes e Gentil Menezes, e a minha irmã Rebeca Menezes os quais são meus maiores incentivadores em todas as áreas da vida, me dando todo apoio, carinho atenção e cuidado dos quais preciso! A eles todo meu amor, respeito e admiração, para sempre. Obrigada!

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ser o meu Abba, meu Tudo, estando ao meu lado a todo suspiro de vida, sendo meu abrigo eterno.

Aos meus pais Gentil Menezes e Mônica Menezes, por serem minha base, meu auxílio, sustento e força, e fonte de amor eterna, por me fazerem chegar até aqui. A eles todo meu amor e dedicação para sempre.

A minha irmã Rebeca Menezes, por todo amor compartilhado e por ser minha companheira de vida nos bons e maus momentos. Por ela e para ela todo meu amor e cuidado, sempre estarei ao seu lado.

A minha amada avó Socorro Menezes, aos meus tios Marilene Nérís e Gilberto Nérís, e primos Patrícia Andrade, Priscilla Nérís e Gilberto Júnior, por todo cuidado e proteção ao longo da vida e por sempre serem exemplos para mim.

Ao meu amado noivo Pedro Thiago Mendonça, por todo amor, ajuda, compreensão e por me incentivar e fazer persistir.

A minha melhor amiga, bênção de Deus em minha vida, Isadora Carvalho, por ser minha companheira espiritual e de vida, por sempre me proporcionar momentos de paz em sua companhia (mesmo distante). E as minhas amigas e companheiras na fé, Micaela Roana e Lediane Rocha por estarem sempre presentes em minha vida ao longo dessa jornada.

A Lilica, minha companheira de quatro patas, por toda força e amor que me dá através do seu doce olhar. A ela, meu amor e cuidados até o fim.

A minha orientadora Dra. Lizabeth Campos, por toda paciência e dedicação para comigo e com a minha pesquisa. Tudo isso só foi possível com a sua orientação e ajuda. Também ao meu coorientador Dr. Ricardo Peixoto, por toda ajuda e contribuição para ciência e tecnologia, ao longo da graduação, iniciações científicas, TCC e mestrado.

Aos professores Daniel Macedo e Maria Roseane Fernandes, pela prontidão em avaliar meu trabalho.

A UFPB, ao CT, a todos os professores do PPCEM e aos técnicos, pelo serviço prestado ao longo de todo mestrado. Ao CNPq/ CAPES, pela bolsa de fomento à pesquisa e pós graduação durante o mestrado.

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para realização desse trabalho e concretização do sonho de ser mestre em ciência e engenharia de materiais.

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE COMPOSIÇÃO E PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES DE CORPOS CERÂMICOS POROSOS OBTIDOS A PARTIR DO RESÍDUO DO POLIMENTO DO PORCELANATO

RESUMO

O estudo de resíduos industriais vem se tornando corriqueiro no meio científico, devido ao descarte inadequado desses materiais, gerando malefícios ao ambiente e a população. Dentre esses resíduos, o resíduo do polimento do porcelanato (RPP) ganha destaque, pela larga escala de fabricação do porcelanato e pelo seu elevado potencial de reutilização. Este trabalho teve como objetivo avaliar variáveis de processamento nas propriedades tecnológicas de corpos cerâmicos a base de RPP, para tanto, foi realizado um planejamento experimental fatorial 2^3 com repetições no ponto central, variando teor de feldspato adicionado ao RPP (0, 3 e 6%), diferentes pressões de conformação (40, 50 e 60 MPa) e temperaturas de queima (1120, 1150 e 1180°C). As matérias-primas foram caracterizadas por difração de raios X, fluorescência de raios X, análise granulométrica e análise térmica. Foram avaliadas as propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos produzidos, por análises estatísticas dos dados e metodologia de superfícies de respostas, além da análise morfológica, por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados de caracterização indicaram que as matérias-primas apresentaram características semelhantes às apresentadas em outros estudos científicos, com destaque para o RPP que possui uma composição química e mineralógica complexa, visto que, é geralmente composto pela formulação do porcelanato e materiais abrasivos procedentes da polidora. Nesse resíduo, foi detectada a presença do carbeto de silício (SiC) que, em condições específicas de temperatura e composição, sofre reações térmicas promovendo a formação de elevada quantidade de poros no interior das peças cerâmicas. O fator de maior influência, em todas as propriedades estudadas, foi a temperatura de queima, que quando aumentada de 1120°C para 1180°C, promoveu um aumento médio de cerca de 150,16% na expansão volumétrica, um aumento médio de cerca de 34,94% na porosidade e uma redução média de cerca de 3,06 MPa na resistência mecânica dos corpos cerâmicos. As análises das superfícies de respostas mostraram que as regiões que contêm valores máximos de expansão volumétrica (variando de 180% a 220%) e porosidade (variando de 60% a 70%) estão situadas em temperaturas variando de 1165°C a 1180°C. As regiões de valores máximos de resistência à tração por compressão diametral (variando de 5 a 6 MPa) estão situadas em temperaturas abaixo de 1140°C, aproximadamente. Em geral, o estudo apresenta uma gama de informações que são de suma importância para o aproveitamento dos resíduos de RPP na produção de corpos cerâmicos altamente porosos.

Palavras- Chave: Resíduo do polimento do porcelanato, reutilização, planejamento experimental, variáveis de processamento.

STUDY OF THE INFLUENCE OF COMPOSITION AND PROCESSING VARIABLES ON THE PROPERTIES OF POROUS CERAMIC BODIES OBTAINED FROM THE RESIDUE OF PORCELAIN TILE POLISHING

ABSTRACT

The study of industrial waste has become commonplace in the scientific environment, due to the inadequate disposal of these materials, generating harm to the environment and the population. Among these residues, the porcelain tile polishing residue (RPP) gains prominence, due to the large scale of porcelain tile manufacturing and its high potential for reuse. This work aimed to evaluate processing variables in the technological properties of ceramic bodies based on PPR, for this purpose, an experimental factorial planning 23 was carried out with repetitions at the central point, varying feldspar content added to the PPR (0, 3 and 6%), different conformation pressures (40, 50 and 60 MPa) and firing temperatures (1120, 1150 and 1180°C). The raw materials were characterized by X-ray diffraction, X-ray fluorescence, particle size analysis and thermal analysis. The technological properties of the ceramic bodies produced were evaluated by statistical analysis of the data and methodology of response surfaces, in addition to morphological analysis by scanning electron microscopy. The characterization results indicated that the raw materials presented characteristics similar to those presented in other scientific studies, with emphasis on the PPR which has a complex chemical and mineralogical composition, since it is usually composed of the formulation of porcelain tile and abrasive materials from the polishing machine. In this residue, the presence of silicon carbide (SiC) was detected, which, under specific conditions of temperature and composition, suffers thermal reactions promoting the formation of high amount of pores inside the ceramic pieces. The most influential factor, in all the properties studied, was the firing temperature, which when increased from 1120°C to 1180°C, promoted an average increase of about 150.16% in volumetric expansion, an average increase of about 34.94% in porosity and an average reduction of about 3.06 MPa in the mechanical resistance of the ceramic bodies. The analysis of the response surfaces showed that the regions containing maximum values of volumetric expansion (ranging from 180% to 220%) and porosity (ranging from 60% to 70%) are located at temperatures ranging from 1165°C to 1180°C. The regions with maximum values of resistance to traction by diametrical compression (ranging from 5 to 6 MPa) are located at temperatures below 1140°C, approximately. In general, the study presents a range of information that is of paramount importance for the use of PPR residues in the production of highly porous ceramic bodies.

Keywords: Porcelain tile polishing residue, reuse, experimental planning, processing variables.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma genérico e completo do processamento das cerâmicas de revestimento. -----	25
Figura 2: Demonstrativo das transformações durante a queima de uma placa de porcelanato.-----	33
Figura 3: Estágios de sinterização e mecanismos ativos durante a queima do porcelanato. -----	33
Figura 4: a) polidora industrial de uma indústria de porcelanatos polido; b) cabeças polidoras abrasivas utilizadas no polimento das peças de porcelanato. -----	35
Figura 5: Sistema de tratamento da água por circuito fechado, e resíduo gerado pelo polimento do porcelanato. -----	37
Figura 6: Fluxograma esquemático da metodologia empregada. -----	43
Figura 7: Esquema de forças aplicadas no ensaio de compressão diametral -----	53
Figura 8: Difratoograma do RPP, com os picos característicos de suas fases cristalinas.	57
Figura 9: Difratoograma do feldspato com os picos característicos de suas fases cristalinas. -----	57
Figura 10: Histograma da distribuição granulométrica do RPP. -----	59
Figura 11: Histograma da distribuição granulométrica do feldspato. -----	59
Figura 12: Curvas de termogravimetria e análise térmica diferencial do RPP, e intervalos de temperatura e percentuais de perda de massa definidos por termogravimetria diferencial.-----	60
Figura 13: Curvas de termogravimetria e análise térmica diferencial do feldspato.-----	61
Figura 14: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da porosidade -----	65
Figura 15: Valores experimentais da porosidade (%) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado.-----	67

Figura 16: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 40MPa.	68
Figura 17: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 50MPa.	68
Figura 18: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 60MPa.	69
Figura 19: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 0%.---	70
Figura 20: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 3%.---	70
Figura 21: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 6%.---	71
Figura 22: Corpos cerâmicos pós queima nas respectivas temperaturas. -----	72
Figura 23: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da expansão volumétrica -----	73
Figura 24: Valores experimentais da expansão volumétrica (%) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado. -----	76
Figura 25: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta expansão volumétrica (%) em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando teor de feldspato em 0%. -----	77
Figura 26: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da resistência à tração por compressão diametral -----	80
Figura 27: Valores experimentais da resistência à tração por compressão diametral (MPa) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado.-----	82
Figura 28: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta resistência à tração por compressão diametral (MPa) em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 40MPa. -----	83

Figura 29: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 100x.----- 84

Figura 30: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 500x ----- 85

Figura 31: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 1000x ----- 86

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Matriz de componentes de fabricação e características técnicas empregadas na classificação de revestimentos cerâmicos. -----	24
Tabela 2: Classificação das cerâmicas de revestimento em função da absorção de água segundo ABNT NBR ISO 10545-1:2017.-----	27
Tabela 3: Tipologia das placas cerâmicas e suas respectivas aplicações.-----	29
Tabela 4: Composições típicas e análises químicas de massas cerâmicas para porcelanatos. -----	30
Tabela 5: Fatores analisados, seus níveis e valores codificados.-----	44
Tabela 6: Matriz de planejamento fatorial 2^3 com três pontos centrais, valores originais e codificados das variáveis de estudo. -----	44
Tabela 7: Divisão dos corpos de prova por condições de processamento.-----	45
Tabela 8: Resultado da análise química feita através de FRX do RPP utilizado no trabalho. -----	55
Tabela 9: Resultado na análise química feita através de FRX do feldspato utilizado no trabalho.-----	56
Tabela 10: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para absorção de água dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida. -----	62
Tabela 11: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para porosidade dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida. -----	64
Tabela 12: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 13 e seus erros-padrão (em %).-----	65
Tabela 13: Teste F obtido da ANOVA para a resposta porosidade-----	67
Tabela 14: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para expansão volumétrica dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida, calculados de acordo com a Equação 4. -----	72

Tabela 15: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 10 e seus erros-padrão (em %)	74
Tabela 16: Teste F obtido da ANOVA para a resposta expansão volumétrica	75
Tabela 17: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para perda de massa ao fogo dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida.	78
Tabela 18: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para resistência à tração por compressão diametral dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida, calculados de acordo com a Equação 6.	79
Tabela 19: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 18 e seus erros-padrão (em MPa)	80
Tabela 20: Teste F obtido da ANOVA para a resposta resistência à tração por compressão diametral	82

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Absorção de Água.....	51
Equação 2: Percentual de Porosidade.....	52
Equação 3: Massa Específica	52
Equação 4: Expansão Volumétrica.....	52
Equação 5: Perda de Massa ao Fogo	53
Equação 6: Resistência à Tração por Compressão Diametral.....	54
Equação 7: Modelo Linear para Percentual de Porosidade	66
Equação 8: Modelo Linear para Expansão Volumétrica	75
Equação 9: Modelo Linear para Resistência à Tração por Compressão Diametral	81

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO -----	16
2.	OBJETIVOS -----	19
2.1	OBJETIVO GERAL -----	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS -----	19
3.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA -----	20
3.2	A INDÚSTRIA CERÂMICA -----	22
3.2.1	A INDÚSTRIA DE REVESTIMENTO CERÂMICO -----	23
3.2.2	O PROCESSAMENTO DAS CERÂMICAS DE REVESTIMENTO -----	24
3.2.3	A INDÚSTRIA DO PORCELANATO -----	27
3.3	O PORCELANATO -----	29
3.3.2	PROCESSAMENTO GERAL DO PORCELANATO -----	34
3.3.4	RESÍDUO DO POLIMENTO DO PORCELANATO E SEU POTENCIAL -----	37
4.	MATERIAIS E MÉTODOS -----	42
4.1	MATERIAIS -----	42
4.1.1	SELEÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA -----	42
4.2	METODOLOGIA -----	42
4.2.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL- ESTUDO ESTATÍSTICO -----	44
4.2.2	PREPARAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS -----	46
4.2.3	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS -----	47
4.2.3.1	ANÁLISE QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS -----	47
4.2.3.2	ANÁLISE MINERALÓGICA -----	48
4.2.3.3	ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR DIFRAÇÃO À LASER -----	48

4.2.3.4 ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA) E TERMOGRAVIMÉTRICA (TG)-----	48
4.2.4 PREPARAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS -----	49
4.2.4.1 MISTURA E HOMOGENEIZAÇÃO, AJUSTE DE UMIDADE E REPOUSO DA MASSA----	49
4.2.4.2 CONFORMAÇÃO-----	49
4.2.4.3 SECAGEM-----	50
4.2.4.4 QUEIMA -----	50
4.2.5 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA E MORFOLÓGICA DOS CORPOS CERÂMICOS-----	50
4.2.5.1 ABSORÇÃO DE ÁGUA (AA)-----	51
4.2.5.2 PERCENTUAL DE POROSIDADE-----	51
4.2.5.3 EXPANSÃO VOLUMÉTRICA-----	52
4.2.5.4 PERDA DE MASSA AO FOGO (PF)-----	53
4.2.5.5 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO PELO ENSAIO DE COMPRESSÃO DIAMETRAL-----	53
4.2.5.6 ANÁLISE MORFOLÓGICA POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)- -----	54
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES-----	54
5.1 ANÁLISE DAS CARACTERIZAÇÕES DAS MATÉRIAS-PRIMAS-----	54
5.1.1 ANÁLISE QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS-----	54
5.1.2 ANÁLISE MINERALÓGICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS-----	56
5.1.3 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS-----	58
5.1.4 ANÁLISE TÉRMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS -----	60
5.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS -----	62
5.2.1 ABSORÇÃO DE ÁGUA-----	62
5.2.2 ANÁLISE DO PERCENTUAL DE POROSIDADE-----	63
5.2.3 ANÁLISE DA EXPANSÃO VOLUMÉTRICA-----	71

5.2.4 PERDA DE MASSA AO FOGO -----	77
5.2.5 ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL-----	78
5.3 ANÁLISE MORFOLÓGICA POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) --- -----	84
6. CONCLUSÕES -----	88

1. INTRODUÇÃO

Atualmente os resíduos industriais são um grave problema para a sociedade. Os descartes desses resíduos feitos de forma inadequada poluem a natureza, vegetações, rios, várzeas, e até lençóis freáticos contaminando a água que poderia ser consumida pela população (BREITENBACH *et al*, 2020; GUALTIERI *et al*, 2000; MENEZES *et al.*, 2002).

Devido ao aumento de geração de resíduos, há uma grande preocupação, não apenas porque esse resíduo gera custo agregado ao produto, mas também como pode gerar problemas com as resoluções e leis que dispõem sobre o assunto. No Brasil há a lei nº. 12.305, de 02 de agosto de 2010, que institui a política nacional de resíduos sólidos. A solução normalmente encontrada pelas empresas é o descarte dos resíduos em aterros sanitários e lixões, porém, na estrutura das grandes cidades, fica cada vez mais difícil encontrar espaços físicos para essas obras. Por isso, nos últimos anos, a pesquisa sobre a reciclagem de resíduos industriais vem sendo intensificada em todo o mundo. Muitas empresas e até iniciativas governamentais investem em pesquisa e implementação de tecnologias nessa área, o que aumenta a qualidade do produto reciclado e propicia o seu reuso em diversas áreas da indústria, visando a diminuição do descarte desses resíduos industriais, e a diminuição da exploração de materiais na natureza alterando o sistema produtivo como um todo (DOMÍNGUEZ *et al*, 1996; MENEZES *et al.*, 2002; RUFINO *et al.*, 2015).

O elevado crescimento da indústria cerâmica é considerado um dos principais fatores que contribui de forma significativa para o aumento da quantidade de resíduos sólidos dispostos de forma inadequada, são resíduos provenientes de várias partes dos processos de fabricação, além de restos de peças cerâmicas inutilizadas que sofreram danos durante ou após o processamento (QUEIROZ NETO *et al.*, 2016).

O Brasil ocupa lugar de destaque no segmento de revestimento cerâmico, sendo o segundo maior produtor mundial. O setor vem apresentando um grande crescimento, chegando a uma produção de aproximadamente 935 milhões de m²/ano. No país, o setor conta com 54 empresas e 71 plantas industriais instaladas, distribuídas em mais de 18 estados. O crescente desenvolvimento mundial dos materiais cerâmicos nos últimos anos fez com que o conhecimento científico e tecnológico se tornasse cada vez mais necessário. A competitividade acirrada entre os fabricantes de revestimentos cerâmicos impõe medidas para redução de seus custos de produção e manutenção dos padrões de

qualidade, atendendo as normas propostas pelos órgãos nacionais e internacionais de controle de qualidade (CONSTANTINO *et al.*, 2006; HOFFMANN *et al.*, 2012; ANFACER, 2020).

Em virtude de possuir elevado volume de produção que possibilita a geração de grandes quantidades de rejeitos e que, aliado às características físico-químicas das matérias-primas cerâmicas e às particularidades do processamento cerâmico, faz da indústria cerâmica como uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos é que a indústria cerâmica é uma das que mais se destacam nesse ramo. Ademais, é uma das poucas áreas industriais que podem obter vantagens no seu processo produtivo com a incorporação de resíduos entre suas matérias-primas, a exemplo da economia de matérias-primas de elevada qualidade, cada dia mais escassas e caras, a diversificação da oferta de matérias-primas, e a redução do consumo de energia e, por conseguinte, redução de custos. Logo, a utilização de resíduos industriais cerâmicos para reincorporação na indústria cerâmica já vem sendo estudado e se mostra cada vez mais eficiente e rentável para o ciclo econômico industrial (WENDER; BALDO, 1998).

Dentre as cerâmicas brancas, os porcelanatos se destacam no mercado de revestimentos cerâmicos por apresentar excelentes características técnicas e estéticas, diferenciando-se dos demais revestimentos em função do seu processo de queima (a temperaturas mais elevadas que os demais materiais dessa categoria), das matérias primas nobres que compõem a sua massa e também pela absorção de água que é baixíssima, sendo $< 0,1\%$ para os porcelanatos técnicos e $< 0,5\%$ para os porcelanatos esmaltados. O técnico pode ser polido (acabamento com brilho intenso), ou acetinado (acabamento mais natural, muito utilizado em áreas externas) é aquele que recebe a decoração e a cor na própria massa através de corantes., já o esmaltado é uma massa única que recebe sua cor através da esmaltação e decoração, que através das novas tecnologias, pode ir muito além do que simples formas e desenho. Este tipo de revestimento cerâmico, que teve origem na Europa (Itália), começou a ganhar destaque no Brasil no começo da década de 90 (HOFFMANN *et al.*, 2012).

O porcelanato técnico polido requer uma etapa de polimento posterior as etapas de produção quando comparado ao porcelanato técnico, a fim de nivelar, retirar riscos e defeitos e, assim como dar brilho à superfície do produto final. Essa etapa do processamento gera grandes quantidades de resíduo, sendo cada vez mais crescente com

o aumento da produção que vem ocorrendo nos últimos anos (BREITENBACH *et al.*, 2017).

O resíduo do polimento do porcelanato (RPP) é o material formado durante a etapa de polimento, sendo constituído de uma mistura de material cerâmico proveniente do próprio porcelanato e do abrasivo, oriundo das máquinas polidoras, geralmente composto por partículas de diamante ou carbeto de silício aglomerados por cimentos à base de cloretos magnesianos. Ele deve ser descartado diretamente em aterros, segundo a Lei nº 12.305/10, gerando gastos agregados aos produtos finais, para as indústrias, apesar do seu potencial de reutilização (BREITENBACH *et al.*, 2017; Brasil, 2010).

Nos dias atuais, há vários estudos que buscam o reaproveitamento do RPP, em diversas composições cerâmicas, como na incorporação de formulações para produção de blocos estruturais e telhas, como agregado leve em argamassas e concretos, entre outras aplicações.

Tendo em vista a potencialidade do RPP para reutilização em diversos seguimentos, observa-se a necessidade de estudos científicos direcionados à análise da influência da composição e do processamento nas propriedades de corpos cerâmicos porosos obtidos à base de RPP, uma vez que esse material demonstra enorme potencial para criação de novos produtos cerâmicos porosos, que possuem tecnologia para serem usados em uma gama de aplicações, como por exemplo, isolamento térmico, bem como isolamento acústico e na indústria de construção civil, abrindo novas oportunidades de mercado e comercialização de produtos à base de resíduos.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Este trabalho teve como objetivo geral o estudo da influência de variáveis de composição e processamento nas propriedades de corpos cerâmicos porosos obtidos a partir do RPP.

2.2 Objetivos Específicos

Visando atender o objetivo geral, esse trabalho teve como objetivos específicos:

- 1) caracterizar as matérias-primas;
- 2) realizar um planejamento experimental fatorial para a produção dos corpos cerâmicos, e para a análise da influência das variáveis de composição e processamento nas propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos permitindo análises estatísticas dos dados e aplicação da metodologia de superfícies de respostas;
- 3) analisar a influência da variável composição nas propriedades, estudando desde corpos cerâmicos obtidos com RPP puro a corpos cerâmicos aditivados com feldspato, visto a ausência de estudos na literatura relacionados à essas composições;
- 4) analisar a influência de diferentes pressões de conformação nas propriedades;
- 5) analisar a influência de diferentes temperaturas de queima nas propriedades;
- 6) analisar morfologicamente os corpos cerâmicos obtidos.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 A Indústria e a Geração de Resíduos Sólidos

Ao longo de sua existência o homem sempre utilizou os abundantes recursos disponíveis na natureza, descartando nela mesma o que não era válido para consumo próprio. Devido a esse comportamento, com o crescimento cada vez mais acelerado da população, os recursos naturais foram sendo mais explorados e conseqüentemente, mais resíduos sólidos foram sendo gerados e descartados na própria natureza.

A partir do século XVIII, houve o surgimento da “onda” industrial, cujo objetivo principal era o crescimento econômico em curto prazo, mediante a utilização de novos processos produtivos e a exploração intensiva de energia e matérias-primas, cujas fontes eram consideradas ilimitadas. Este modelo gerou impressionantes excedentes de riqueza econômica, mas trouxe consigo grandes problemas sociais e ambientais, entre eles os resíduos. A grande parte desses resíduos permanecem até hoje degradando a natureza e prejudicando os ecossistemas nela presentes, além da contaminação de espécies de animais, e plantas devido ao descarte em rios, mares e lençóis freáticos, prejudicando, principalmente, água potável para o consumo da população (CASAGRANDE *et al.*, 2008).

As indústrias de um modo geral produzem, em pequena ou larga escala, resíduos que nem sempre são reaproveitados ou têm um destino ecologicamente correto. Dar um destino correto a estes subprodutos constitui um grande desafio. Em alguns casos, estes produtos secundários podem ser reutilizados diretamente ou podem ser aproveitados como matéria prima básica em outros processos industriais (DONDI *et al.*, 1998; CASAGRANDE *et al.*, 2008).

Só após a Revolução Industrial, os resíduos começaram a ganhar importância, principalmente para a saúde pública, entretanto é a partir de 1970 que os resíduos realmente tiveram um peso ambiental, tanto em nível nacional quanto internacional, pois o tema foi abordado em grandes encontros mundiais, como nas conferências de Estocolmo, em 1972, em seguida na ECO 92, no Rio de Janeiro e, em 1997, na de Tbilisi (VELLOSO, 2008; WILSON, 2007).

A preocupação com a preservação do meio ambiente vem crescendo muito nos últimos anos, e no Brasil não é diferente. Vários fatores apontam este crescimento, destacando-se o aumento do interesse do público que cada vez mais torna o selo ambiental

argumento de marketing e a exigência de certificação ambiental às empresas brasileiras exportadoras trazendo reflexos mesmo na indústria interna (MONFORT *et al*, 1996; CASAGRANDE *et al.*, 2008).

A pesquisa sobre a reciclagem de resíduos industriais vem sendo intensificada em todo o mundo. Na América do Norte e Europa, a reciclagem já é vista, pela iniciativa privada, como um mercado altamente rentável. Inúmeras empresas investem em pesquisa e tecnologias relacionadas à reciclagem, o que aumenta a qualidade do produto reciclado e propicia maior eficiência do sistema produtivo. Logo, a reciclagem de resíduos urbanos ganha evidência, em virtude do crescente volume de rejeitos sólidos e da indisponibilidade cada dia maior de locais para descarte desse material, em particular em grandes centros urbanos, com elevada densidade demográfica população (BETIOLI *et al*, 2020; BARRACHINA *et al*, 2018; MENEZES *et al.*, 2002; BARBIERI *et al*, 2000).

Hendriks (2000) comenta que a reciclagem diz respeito ao ciclo completo de “novo-velho-novo” e implica uma série de operações: coleta, desagregação, seguidas da classificação, tratamento e subsequente retorno ao produtor original, que novamente a transforma em uma “nova”, mas secundária matéria prima.

Ingunza *et al.*, (2006) afirmam que as aplicações mais adequadas para a reciclagem são aquelas que além de minimizar a necessidade de separação, classificação, transformação industrial do resíduo, minimizam o risco de lixiviação e volatilização de elementos prejudiciais ao meio ambiente e a saúde e resultem em um produto com vantagem econômica ou valorização ambiental em relação ao já existentes e disponíveis no mercado.

A indústria cerâmica, em virtude das características físico-químicas de suas matérias-primas e particularidades de seu processamento, tem sido uma das grandes opções para a utilização de resíduos (MENEZES *et al.*, 2002). Diversos pesquisadores têm-se dedicado a este tema, desenvolvendo trabalhos com a incorporação de resíduos de diversos tipos em massas cerâmicas, tais como rejeito de minério de ferro (DAS *et al.*, 2000; MENDES *et al.*, 2019; SILVA, F. *et al.*, 2014), resíduos de aço (PISCIELLA *et al*, 2001; QUARANTA *et al.*, 2015), de vidro (SILVA, R. *et al.*, 2017), de cinza de bagaço de cana-de-açúcar (SCHETTINO *et al.*, 2015), de cinzas volantes de incineração de resíduos sólidos (ROMERO *et al*, 2000; PARK *et al*, 2001; DENG *et al.*, 2018), de resíduos industriais (ANDREOLA *et al.*, 2016), entre outros.

3.2 A Indústria Cerâmica

Devido às suas várias excelentes propriedades, a cerâmica é usada em uma ampla gama de aplicações, incluindo a indústria química, máquinas, eletrônicos, aeroespacial, engenharia biomédica e fundição (YANG *et al.*, 2019).

A indústria cerâmica brasileira tem grande importância para o país, tanto na geração de produtos, principalmente destinados ao setor da construção civil, quanto na geração de empregos. Esse segmento industrial está intimamente ligado com o setor da construção civil, logo, é aquecido à medida que a construção civil aumenta e vice-versa, tendo participação no PIB – Produto Interno Bruto – da ordem de 1,0%, gerando cerca de 28 mil postos de empregos diretos e aproximadamente 200 mil indiretos (ANFACER, 2020).

A indústria cerâmica como um todo é uma enorme máquina geradora de resíduos sólidos. O Brasil é um dos maiores produtores de cerâmicas do mundo, sendo o segundo maior produtor de cerâmicas de revestimento e estando entre os maiores produtores do mundo de louça sanitária, contando com 6.903 empresas do setor cerâmico, distribuídas em mais de 18 estados, principalmente nas regiões sul, sudeste e nordeste e continua apresentando um grande crescimento, segundo a ANICER (2020), em 2019-2020, as vendas totais atingiram aproximadamente 18 bilhões de faturamento, gerando mais de 1 milhão de empregos diretos e indiretos (ANICER 2020).

A competitividade acirrada entre os fabricantes de revestimentos cerâmicos impõe medidas para redução de seus custos de produção e manutenção dos padrões de qualidade, atendendo as normas propostas pelos órgãos nacionais e internacionais de controle de qualidade (HOFFMANN *et al.*, 2012).

Com o rápido desenvolvimento de tecnologia e progresso social, bem como a redução de recursos naturais e o aumento de resíduos sólidos, a reciclagem tornou-se uma das mais importantes soluções ambientais, logo, um dos conceitos que no momento estar em considerável crescimento é a economia circular, que vem como um novo modelo industrial focado na otimização e reaproveitamento de recursos e na redução dos desperdícios. Esse conceito, de fato, pode ser a maior revolução de produção e consumo da economia global dos próximos séculos. Em virtude disso a indústria cerâmica, como um todo, também inclui a reciclagem de todos os subprodutos e parte dos resíduos

derivados de tratamentos de depuração, até resíduos de outros (BOCCACCINI *et al.*, 1997; BARRACHINA *et al.*, 2018, ZENG *et al.*, 2019).

A recuperação de resíduos é muito importante para a saúde pública e do ponto de vista ambiental e industrial. É altamente recomendável o uso de resíduos como matéria-prima útil, pois reduz o impacto ambiental negativo associado ao aterro e preserva a natureza não renovável (VIJAYARAGAVAN *et al.*, 2018).

3.2.1 A Indústria de Revestimento Cerâmico

A indústria de revestimentos cerâmicos no Brasil surgiu a partir de antigas fábricas de tijolos, blocos e telhas, que no início do século XX começaram a produzir ladrilhos hidráulicos e, posteriormente, azulejos e pastilhas cerâmicas e de vidro. Mas foi só no início dos anos 70 que a produção atingiu uma demanda continuada, fazendo com que essa indústria ampliasse significativamente a sua produção, acompanhado do surgimento de novas empresas (GORINI & CORREA, 1999).

A cerâmica de revestimento é um dos segmentos mais importantes e apresenta crescente desempenho tecnológico. É representado por unidades industriais, produzindo azulejos, pisos e revestimentos de paredes externas (CONSTANTINO *et al.*, 2006).

No Brasil, é um setor constituído por 54 empresas e 71 plantas industriais instaladas com uma produção de 935 milhões de metros quadrados, para uma capacidade instalada de aproximadamente 785 milhões de metros quadrados (ANFACER, 2020).

A Tabela 1 apresenta uma diversidade de produtos relacionados às cerâmicas de revestimento, e isso é consequência de uma série de possibilidades de combinações, destacando-se: escolha da massa; forma de preparo; tipo de conformação da peça; tipo de acabamento da superfície; processamento térmico; e, conseqüentemente, das características técnicas do produto, geralmente, sendo feitas as classificações dos produtos em função destas últimas.

Tabela 1: Matriz de componentes de fabricação e características técnicas empregadas na classificação de revestimentos cerâmicos.

Tipo de massa	Moagem	Conformação	Acabamento superficial	Queima	Características técnicas	Classificação
			Com Esmalte		Absorção de água e resistência mecânica	Grés Porcelânico; Grés; Semi-Grés; Semi Poroso; Piso Poroso; Azulejo; Azulejo Fino
Clara	Via Seca	Prensagem	Sem Esmalte	Monoqueima	Resistência à abrasão superficial	Grés Porcelânico; Grés; Semi-Grés; Semi Poroso; Piso Poroso; Azulejo; Azulejo Fino
Avermelhada	Via Úmida	Extrusão	Com Polimento	Biqueima	Resistência química	A, B e C, com resistência Alta
					Resistência a manchas	1 a 5, de manchas não removíveis a facilmente removíveis
					Coeficiente de atrito	Uso em áreas internas ou externas com e sem alicate

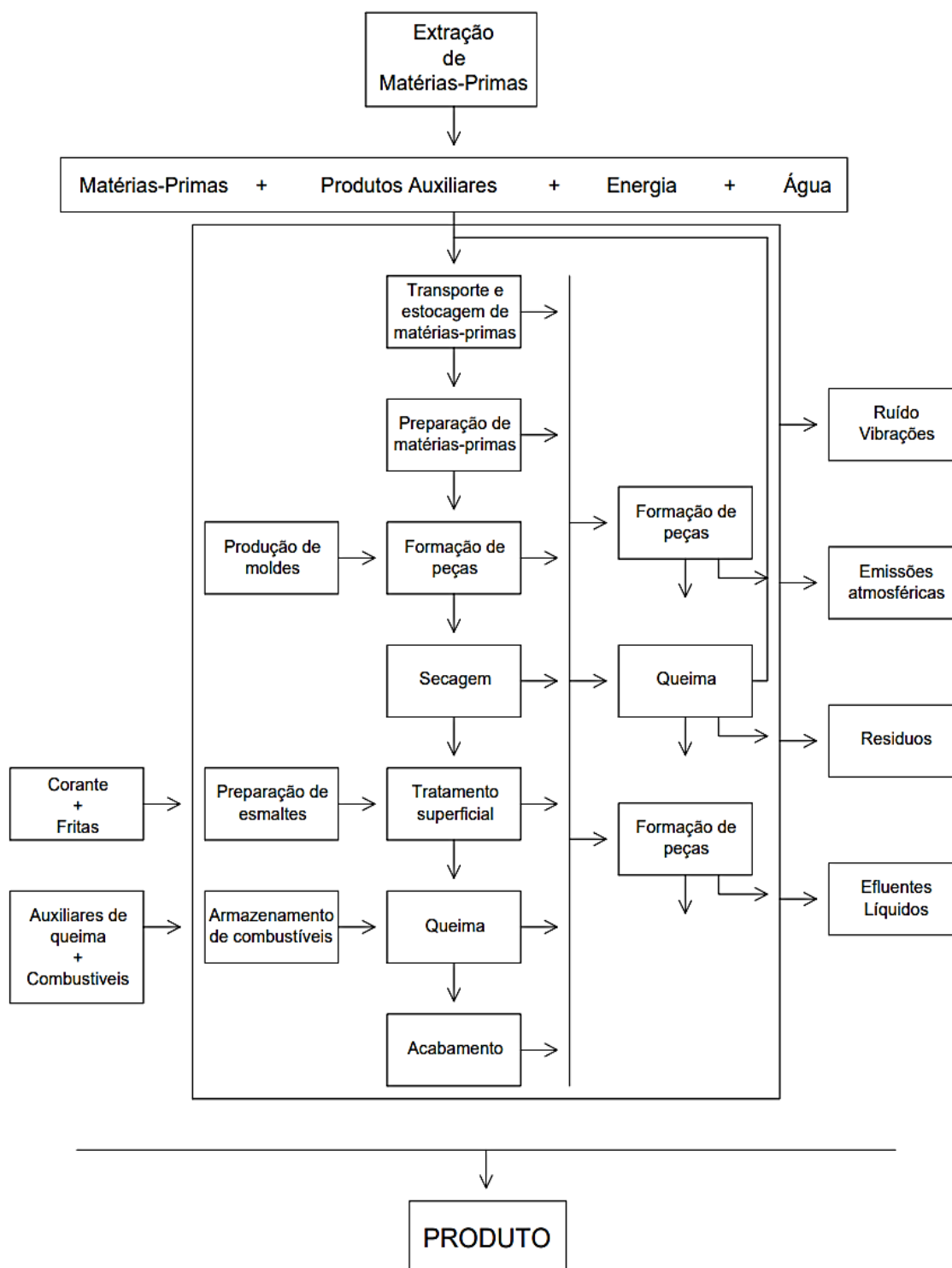
Fonte: Motta *et al.*, (1998).

3.2.2 O Processamento das Cerâmicas de Revestimento

De um modo geral, o processamento cerâmico está dividido em, basicamente, quatro etapas, são elas: coleta e preparação da matéria-prima; conformação da peça cerâmica; secagem; e queima (OLIVEIRA, 2000).

A Figura 1 apresenta um fluxograma genérico do processamento dos revestimentos cerâmicos, desde a extração das matérias-primas e suas preparações, até os acabamentos finais realizados nos produtos, observando-se através dele a sequência de produção.

Figura 1: Fluxograma genérico e completo do processamento das cerâmicas de revestimento.



Fonte: Autora (2020)

A maior parte das matérias-primas utilizadas na indústria de cerâmicas de revestimento é natural, encontrando-se em jazidas espalhadas na crosta terrestre. Após a mineração e coleta, essas matérias-primas devem ser beneficiadas, isto é, desagregadas e/ou moídas, classificadas de acordo com a granulometria e muitas vezes também purificadas, gerando descarte desde a primeira parte do processo. As matérias-primas sintéticas geralmente são fornecidas e prontas para uso, necessitando apenas, em alguns casos, de um ajuste de granulometria, podendo passar, também por uma etapa de beneficiamento. As principais matérias-primas são o feldspato, a sílica e as argilas. Além destes três principais componentes, as cerâmicas podem precisar do uso de aditivos para o incremento de seu processamento ou de suas propriedades finais melhorando seu custo benefício (MELO *et al.*, 2006; LUZ *et al.*, 2008).

Após a preparação da matéria-prima, há o processo de conformação das peças cerâmicas que podem ser feitas por diversos métodos, dependendo da forma desejada, das propriedades requeridas para o produto final e da matéria-prima utilizada- os processos podem ser: colagem, prensagem, extrusão ou torneamento, moldagem por injeção, moldagem por fita e moldagem em gel. Em seguida há a etapa da secagem, para evitar o surgimento de defeitos nas peças com a saída da umidade que, geralmente, é adicionada na etapa de conformação, logo, é necessário eliminar essa água, de forma lenta e gradual, em secadores intermitentes ou contínuos, a faixas de temperaturas variáveis entre 50 °C e 150 °C (YANG *et al.*, 2019).

Por fim, há a etapa de queima que é essencial e imprescindível para que os materiais produzidos adquiram as suas propriedades finais, fundamentalmente as propriedades mecânicas que são consolidadas na sinterização das peças. Nessa etapa, as peças são submetidas à altas temperaturas que para a maioria dos produtos situa-se entre 800 °C a 1700 °C, em fornos contínuos ou intermitentes que operam em três fases: aquecimento da temperatura ambiente até a temperatura desejada; patamar durante certo tempo na temperatura especificada; resfriamento até temperaturas inferiores a 200 °C, dependendo do tipo de produto, podendo variar de alguns minutos até vários dias. Durante esse tratamento ocorre uma série de fenômenos em função dos componentes da massa, tais como: perda de massa, desenvolvimento de novas fases cristalinas, formação de fase vítrea e a sinterização. Portanto, em função do tratamento térmico e das características das diferentes matérias-primas é possível obter produtos para as mais diversas aplicações (SEGADÃES, 2006).

3.2.3 A Indústria do Porcelanato

No setor das cerâmicas de revestimento, o porcelanato é um material de destaque, que se utiliza para o revestimento de solos e paredes.

Este produto é fabricado a partir de uma combinação de minerais argilosos (argilas, caulins, etc.) e não argilosos (feldspato, quartzo, talco, etc.), podendo serem moldados por prensagem, secados e queimados a temperaturas de mais de 1.300 °C, tendo como resultado uma peça compacta e vitrificada, com uma grande resistência mecânica ao desgaste e ao ataque químico, absorção de água muito baixa, e elevada dureza, dentre outras características, desse modo, o porcelanato apresenta vantagens que não se podem encontrar nos revestimentos cerâmicos tradicionais (BUSTAMANTE, *et al.*, 2000; ANFACER, 2020; OIVEIRA, 1998).

A Tabela 2 apresenta a classificação das cerâmicas de revestimento existentes no mercado, em função da propriedade de absorção de água, que é uma das propriedades de destaque dos porcelanatos.

Tabela 2: Classificação das cerâmicas de revestimento em função da absorção de água segundo ABNT NBR ISO 10545-1:2017.

Tipologia do produto	absorção de água (%)	Grupo de absorção
Porcelanato	Até 0,5	BIa
grês	De 0,5 a 3,0	BI Ib
semi grês	De 3,0 a 6,0	BI Ia
semi poroso	De 6,0 a 10,0	BI Ib
poroso	Acima de 10,0	BIII

Fonte: Autora (2020).

Entre os vários tipos de pisos e revestimentos cerâmicos, o porcelanato é o produto que nos últimos anos tem mostrado a maior taxa de aumento (percentual) na quantidade produzida, quantidade vendida e, obviamente, quantidade utilizada. As especificações do padrão nacional americano para cerâmica definem os porcelanatos como: densos, lisos, impermeáveis (com absorção de água de 0,5% ou menos) e resistentes a manchas. Suas características peculiares os colocam no topo de uma classe

de produtos comerciais disponíveis que podem ser usados para aplicações em edifícios internos e externos. Como eles alcançam um nível muito alto de combinação entre propriedades físico-mecânicas e qualidade decorativa, espera-se que eles substituam completamente o piso de cerâmica tradicional nos próximos anos (ABADIR *et al.*, 2002; CARANI *et al.*, 2008)

Dentro das indústrias dos revestimentos cerâmicos, a indústria do porcelanato se destaca, por ser um dos materiais mais utilizados pela indústria de construção civil, atualmente. É muito utilizada na atualidade para a substituição de produtos mais caros e difíceis de trabalhar dentro da indústria de construção civil, como os granitos e produtos de origem natural (SAMPAIO *et al.*, 2017).

O porcelanato polido é o mais produzido comercialmente, ele requer uma etapa de polimento durante sua produção a fim de nivelar, retirar riscos e defeitos, além de dar brilho a superfície do produto final. Diferentemente do porcelanato esmaltado, que para seu acabamento final recebe uma camada de esmalte vidrado (BERNARDIM *et al.*, 2006).

Trata-se de um revestimento cerâmico produzido em larga escala a nível nacional, por ser um produto de alta resistência mecânica e ao risco, além de ser um material resistente a água e umidade, como mostrado na Tabela 3 (ACIMAC, 2019).

No seu processo de fabricação, principalmente na etapa do polimento, entretanto, essa etapa do processamento gera grande quantidade de resíduo, particularmente com o aumento de produção que vem ocorrendo nos últimos anos esse resíduo é denominado resíduo do polimento do porcelanato (RPP).

O RPP possui em sua composição, metais tóxicos advindos do processo de fabricação e da massa cerâmica utilizada para a produção do porcelanato, sendo necessário, portanto, um descarte gerenciado, o que gera custo para a indústria, por isso, esse resíduo ainda é frequentemente descartado no meio ambiente, poluindo terrenos e até lençóis freáticos e causando danos à população. Essa prática tem gerado grande preocupação socioambiental, visto que o Brasil é o segundo maior consumidor e produtor de porcelanato (CABRAL JUNIOR *et al.*, 2019, WONG, 2015).

Entretanto, muitos estudos têm demonstrado o grande potencial de aplicação do RPP, principalmente, devido à sua atividade pozolânica e ao efeito *filler* (ANDREOLA *et al.*, 2010; PELISSER *et al.*, 2012).

A Tabela 3 apresenta os tipos de aplicações das cerâmicas de revestimento de acordo com suas classificações por absorção de água, como foi mostrado na Tabela 2.

Tabela 3: Tipologia das placas cerâmicas e suas respectivas aplicações.

GRUPO	ABSORÇÃO DE ÁGUA (%)	APLICAÇÕES RESIDENCIAIS
Bla	0,0-0,5	Pisos, Paredes – ambientes externos e internos (Porcelanato)
Bib	0,5- 3,0	Pisos, Paredes – ambientes externos e internos (Grês)
BIIa	3,0-6,0	Pisos, Paredes – ambientes externos e internos (Semigrês)
BIIb	6,0-10	Pisos, Paredes – ambientes externos e internos (Semiporoso)
BIII	>10	Paredes (Monoporosa / Azulejo)

Fonte: Cabral Junior *et al.* (2019)

3.3 O Porcelanato

Dentro do grupo das cerâmicas para revestimento encontra-se o porcelanato, conhecido também como grês porcelanato, ou ainda chamado de granito cerâmico, ou fino porcelanato. Esta nomenclatura se deve ao fato de que grês porcelanato é derivado de “gres”, que denomina materiais cerâmicos com estrutura compacta, caracterizados por uma fase cristalina imersa em uma matriz vítrea predominante, e “*porcellanato*”, termo que se refere às características técnicas deste produto similares à da porcelana (SALEM *et al.*, 2009; MENEZES *et al.*, 2002).

O porcelanato é um produto cerâmico declarado pela Norma ISO 13006/NBR13818, significando: material prensado com absorção de água menor ou igual a 0,5%. Ele possui elevada resistência mecânica, ao risco e ao ataque químico, podendo

ser ou não decorado superficialmente. No mercado atual, o porcelanato é classificado como esmaltado ou técnico (polido ou acetinado), para o esmaltado admite-se uma absorção de água até 0,5%, já para o técnico essa absorção deve ser menor ou igual a 0,1% (ABADIR *et al.*, 2002; ROSSO *et al.*, 2005 BERNARDIM *et al.*, 2006; MARQUE *et al.*, 2007; ABNT, 1997).

Este material pode ser considerado um material no qual a sinergia entre a tecnologia de produção e as propriedades físico-mecânicas como densidade, resistência à flexão, dureza e resistência ao desgaste, são excelentes, o que permite a sua utilização em ambientes externos e internos garantindo uma alta confiabilidade e resistência a vários tipos de condições adversas, além de uma longa durabilidade, conferindo, dessa maneira, ao produto, um alto custo benefício em relação aos outros produtos presentes no mercado, elevando cada vez mais a sua produção (WIGGERS *et al.*, 2007).

3.3.1 Composição do Porcelanato

Uma massa de grês porcelanato é composta basicamente por uma mistura de argilas, feldspatos, areias feldspáticas e, às vezes, caulins, filitos e aditivos, quando necessários (SALEM *et al.*, 2009; OLIVEIRA, 2000; LUZ *et al.*, 2008; ROSSO *et al.*, 2005; BIFFI, 2002).

A Tabela 4 apresenta composições comerciais genéricas tradicionalmente utilizadas como formulações padrão nas indústrias de porcelanato, que são basicamente compostas por argilas, feldspatos e areia feldspática.

Tabela 4: Composições típicas e análises químicas de massas cerâmicas para porcelanatos.

COMPOSIÇÕES	1	2	3	4	5	6
Argila	38	41	45	35	30	35
Feldspato	40	16	35	45	50	38
Caulim	12	8	-	-	-	15
Areia Feldspática	10	35	20	20	20	12
SiO ₂	68,8	70,6	69,4	70,2	70,5	67,8
Al ₂ O ₃	19,9	18,6	19,0	18,3	17,1	20,4

$K_2O + Na_2O$	5,6	4,9	6,1	5,7	5,3	4,0
Fe_2O_3	0,6	0,5	0,7	0,5	0,6	0,4
$CaO + MgO$	0,5	0,5	0,6	0,7	1,2	0,5
P.F.	3,8	3,6	3,3	3,5	3,8	3,7

Fonte: Salem *et al.*, (2009).

A argila é a principal matéria-prima para a produção de revestimentos cerâmicos, com alta plasticidade quando úmida e elevada resistência quando seca e queimada. A composição química dos porcelanatos apresenta em média 70% de SiO_2 , 20% de Al_2O_3 e o restante de fundentes, como K_2O , Na_2O , CaO , MgO , além de impurezas, como Fe_2O_3 , TiO_2 . As argilas presentes na composição da massa, atuam na plasticidade e por conseguinte a sua trabalhabilidade, logo, facilita a moldagem pelos mais diferentes métodos existentes, sem que haja danos ao material (ROSSO *et al.*, 2005; OLIVEIRA, 2000; PINHEIRO, 2006).

Os feldspatos atuam, principalmente, como fundentes na composição, são eles que formam as primeiras fases líquidas no processo de sinterização, essas fases líquidas contornam as partículas mais refratárias (com maior ponto de fusão) aproximando-as por meio das forças de tensão superficial que são geradas nos poros mais finos, promovendo, assim, a maior compacidade da peça, como consequência do fechamento de vazios, logo, eles são os responsáveis iniciais pela retração da peça e como resultado disso, as propriedades mecânicas do porcelanato. Os feldspatos são os responsáveis iniciais do processo de densificação, conseqüentemente, para as propriedades desejadas do porcelanato, ou seja, pela diminuição da porosidade das peças cerâmicas, abaixando os índices de absorção de água, e conseqüentemente aumentando os valores de resistência mecânica, e resistência ao desgaste dos revestimentos cerâmicos (ROSSO *et al.*, 2005; FERRARI *et al.*, 2000).

A relação Na/K, é de grande importância, pois cada um dos compostos influencia de formas diferentes, e suas utilizações devem estar de acordo com as propriedades requeridas para o porcelanato final, sendo esses componentes químicos presentes através da albita (feldspato sódico- Na) e do ortoclásio (feldspato potássico-K). A albita favorece a formação da fase líquida, diminuindo a temperatura de sinterização, assim, os revestimentos, sejam porcelanatos ou grés, que se utilizam deste fundente, apresentam maior resistência mecânica e menor absorção de água, mas com maior a retração linear,

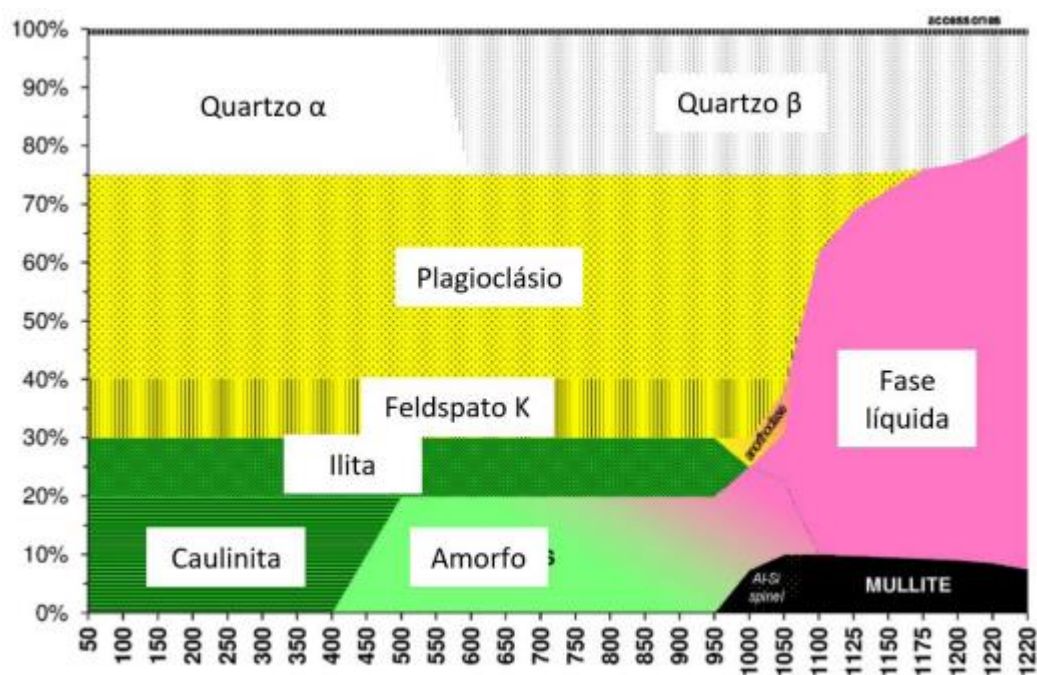
enquanto a adição do ortoclásio, aumenta a porosidade do material, não sendo tão eficaz na densificação dos porcelanatos (CHATTERJEE *et al.*, 2001; LUZ, 2008; OLIVEIRA, 1998; BAUCIA *et al.*, 2010).

Os filitos, também são compostos fundentes sendo constituídos por caulinita $[Al_2(Si_2O_5)(OH)_4]$, quartzo (SiO_2) e mica $[Al_2K(Si_4,5AlO,5O_5)2(OH)_2]$, utilizados para substituição parcial dos feldspatos, devido ao alto teor de potássio que pode ser encontrado. Os filitos têm baixo resíduo, possibilitando seu uso sem praticamente nenhum beneficiamento prévio na composição de massas cerâmicas, em quaisquer que sejam as finalidades (FERRARI *et al.*, 2000).

Já os caulins, por serem ricos em alumina, com o aumento da temperatura se fundem formando a fase vítrea, contribuindo, também com o fechamento de poros e propriedades mecânicas dos porcelanatos. Eles, também, formam mulita, essa, por sua vez possui o formato de agulhas, atuando como esqueleto da peça, como efeito disso, há o melhoramento considerável das propriedades mecânicas do material (ROSSO *et al.*, 2005).

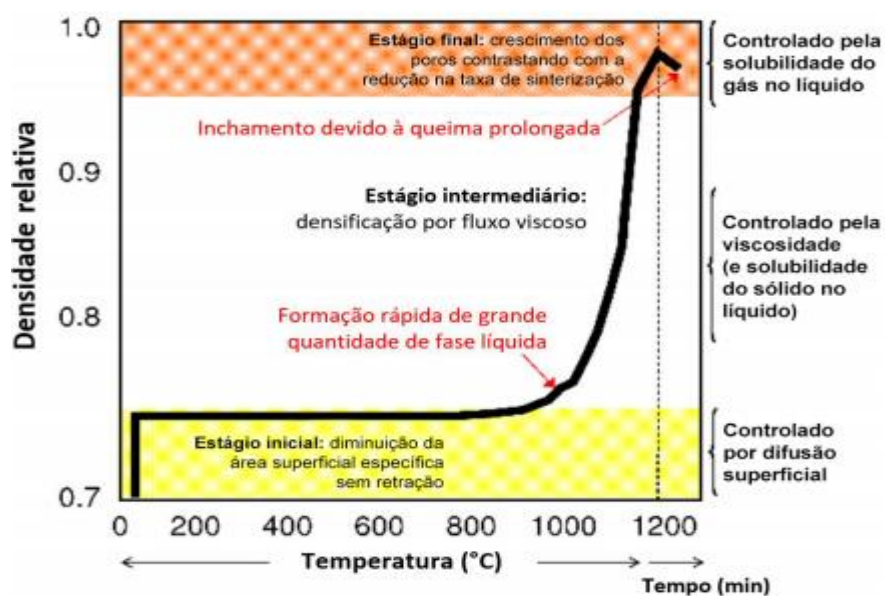
As Figuras 2 e 3 demonstram graficamente as transformações que acontecem na queima e as fases resultantes. Durante a queima, matérias-primas que contenham minerais alcalinos, ilita e feldspato produzem fase líquida. Com o aumento da temperatura ocorre a diminuição da viscosidade, reduzindo assim progressivamente a porosidade por força de capilaridade. O quartzo se dissolve parcialmente na fase líquida e uma nova fase cristalina se forma, a mulita. A estrutura resultante das transformações é uma fase vítrea abundante com partículas cristalinas de quartzo e mulita que não se dissolveram, restando ainda feldspato não fundido totalmente (SÁNCHEZ *et al.*, 2002; ZANELLI *et al.*, 2019).

Figura 2: Demonstrativo das transformações durante a queima de uma placa de porcelanato.



Fonte: Zanelli *et al.*, (2019).

Figura 3: Estágios de sinterização e mecanismos ativos durante a queima do porcelanato.



Fonte: Zanelli *et al.*, (2019).

3.3.2 Processamento Geral do Porcelanato

O processo de produção do porcelanato, especificamente, abrange três estágios principais (ABCERAM, 2020):

- 1) Moagem a úmido e homogeneização das matérias-primas, seguida de secagem da suspensão resultante pelo processo de atomização (spray drying);
- 2) Prensagem uniaxial entre 35-45 MPa do pó atomizado contendo entre 5 e 7% de umidade;
- 3) Queima rápida entre 35-60 min (frio a frio) com temperatura máxima entre 1180-1230 °C para obtenção da máxima densificação (SÁNCHEZ *et al.*, 2006).

No começo de sua fabricação, o porcelanato era produzido a 1200 °C em longos períodos que variavam de 40 a 50 horas, sendo, portanto, um processo extremamente lento. Entre 1970 e 1980, com o contínuo desenvolvimento da tecnologia, conseguiu-se diminuir os ciclos de queima a valores muito menores por meio da alteração da formulação deste produto, sendo possível chegar a tempos de 35 a 90 minutos. Esse novo ciclo de queima tornou-se próximo aos encontrados em revestimentos cerâmicos tradicionais, que apresentam temperatura de queima variando de 1180 °C a 1250 °C (BAUCIA *et al.*, 2010).

Normalmente, a maioria dos produtos cerâmicos são retirados dos fornos, inspecionados e remetidos ao consumo. Alguns produtos, no entanto, requerem processamento adicional para atender a algumas características estéticas, não possíveis de serem obtidas durante o processo de fabricação. O processamento pós-queima recebe o nome genérico de acabamento e pode incluir a coloração da massa nos porcelanatos não esmaltados, a aplicação de esmaltes e a decoração com técnica de sais solúveis, ou ainda o processo de polimento nos porcelanatos polidos para a retirada de milímetros da camada superficial, a fim de que a peça adquira uma característica estética mais límpida, brilhosa e lisa, sem modificar em nada as suas propriedades mecânicas e tecnológicas (ANFACER, 2020; OLIVEIRA, 2000; BAUCIA *et al.*, 2010; OLIVEIRA, 1998).

3.3.3 O Polimento Do Porcelanato

Com a finalidade de melhorar suas características estéticas e sua posição competitiva em relação às pedras naturais, estes produtos são submetidos a uma etapa posterior de polimento, que atualmente é amplamente difundida nas indústrias cerâmicas em todo o mundo (HUTCHINGS *et al*, 2006; WIGGERS *et al.*, 2007)

A Figura 4 apresenta uma polidora industrial, e suas cabeças abrasivas, que possuem uma numeração decrescente de lixas polidoras que atuam desde a retirada de riscos e arranhões até dar brilho as peças de porcelanato.

Figura 4: a) polidora industrial de uma indústria de porcelanatos polido; b) cabeças polidoras abrasivas utilizadas no polimento das peças de porcelanato.



Fonte: Souza (2007).

Ao longo do processo de polimento ocorrem três principais transformações na peça: a perda de massa, devido à perda de material na superfície, o aumento do brilho, com a eliminação dos riscos advindos do processo de produção, e a consequente diminuição da rugosidade na superfície da peça de porcelanato, tornando-se uma peça lisa e brilhosa sem que precise de uma aplicação de esmalte posterior (ORTS *et al*, 2001; WIGGERS *et al.*, 2007).

O processo de polimento atualmente é composto por duas etapas:

- 1) A primeira etapa é chamada de etapa de aplainamento ou de calibração, onde a maior quantidade de material é removida, ou seja, onde a maior quantidade de resíduo é gerada. A calibração ocorre mediante a ação tangencial e descontínua gerada por uma série de rolos abrasivos diamantados, dispostos transversalmente à direção de avanço do material. A eliminação das deformações das placas de

porcelanato, que apresentam uma superfície vitrificada dura, ocorre progressivamente, de modo a não comprometer a integridade das mesmas. Os rolos abrasivos devem ter uma boa capacidade de corte com a intenção de trabalhar com uma pressão mínima sobre a placa cerâmica para evitar perigos de quebra devido à fragilidade intrínseca do material cerâmico. As peças que saem do aplainador possuem uma superfície irregular, constituída por gretas ou sulcos profundos, que precisam ser totalmente eliminados durante a etapa seguinte (WIGGERS *et al.*, 2007);

- 2) A segunda etapa utiliza cabeças polidoras que rotacionam e transladam transversalmente à peça, essas cabeças polidoras são compostas de agentes abrasivos com tamanhos de partículas progressivamente decrescentes com a finalidade de melhoria progressiva do acabamento da superfície. O principal abrasivo empregado é o carbeto de silício (SiC), embutido em uma matriz de composição variável, geralmente diamantada. Durante esta etapa, é muito importante que o tamanho de partícula dos abrasivos siga uma sequência determinada e decrescente, pois a erosão provocada pelo abrasivo de tamanho maior difere da provocada por um abrasivo de tamanho de partícula menor, podendo produzir defeitos que não serão eliminados pela ação de abrasivos subsequentes (WIGGERS *et al.*, 2007).

A intenção, principal, do polimento é a obtenção de placas de porcelanato com aparência extremamente brilhosas, a qual é uma característica imprescindível, procurada pelos consumidores desse tipo de revestimento cerâmico, devido ao efeito estético e a facilidade de manutenção do mesmo (ESPOSITO *et al.*, 2000; ESPOSITO *et al.*, 2002; MORAES, 2007).

A pureza das matérias-primas utilizadas na fabricação dos abrasivos é de fundamental importância para a qualidade dos mesmos e também para um polimento de qualidade. Outro elemento importante para um bom polimento é a água, sua qualidade e quantidade utilizada. A água é distribuída na máquina em cada cabeça polidora e tem a função principal de diminuir o atrito entre os abrasivos e a peça, refrigerando o local e retirar os resíduos gerados que poderiam ficar sobre as peças, causando riscos e arranhões. Como a quantidade utilizada em uma unidade de polimento é muito elevada (cerca de 4000 l), existe a necessidade de recirculação em circuito fechado para reaproveitamento, como mostrado na Figura 5. Com este procedimento, torna-se necessário um tratamento

químico/físico na água para posterior decantação dos resíduos do polimento e filtro-prensagem. (CAMPAGNARO *et al.*, 1999; MARQUES *et al.*, 2007; BERNARDIN *et al.*, 2006).

A Figura 5 apresenta um sistema de tratamento da água, que é usada para arrefecimento das peças cerâmicas na etapa do polimento do porcelanato, de uma indústria de porcelanatos, e o resíduo que é gerado nessa etapa.

Figura 5: Sistema de tratamento da água por circuito fechado, e resíduo gerado pelo polimento do porcelanato.



Fonte: Souza (2007).

Essa etapa de polimento gera uma grande quantidade de resíduo (RPP), e que vem aumentando nos últimos anos particularmente devido ao aumento da produção que. Este resíduo gera um novo custo aos produtores do setor, que necessitam gerenciar e descartá-lo adequadamente.

3.3.4 Resíduo do Polimento do Porcelanato e seu Potencial

Resíduo é todo o material descartado produzido durante o processo de fabricação, o qual, na maioria das vezes não é reutilizado, mas sim descartado (SOUZA, 2007).

O RPP é constituído por uma mistura de material cerâmico advindo do processo de polimento do porcelanato, e material abrasivo desprendido das cabeças polidoras,

como o carbetto de silício (SiC). Este material abrasivo utilizado durante o polimento é geralmente composto por partículas de diamante ou carbetto de silício aglomerados por cimentos à base de cloretos magnesianos. O que evidencia que o resíduo é constituído basicamente por material cerâmico (BERNARDIN *et al.*, 2006a; BERNARDIN *et al.*, 2006b).

Ao se analisar o aspecto de perda de massa da peça cerâmica no processo de polimento, nota-se que em torno de 55% do material removido foi causado pela etapa de calibração, 32% devido à ação dos abrasivos da primeira polidora e 13% na segunda polidora. Quando esses dados são comparados com dados de produção de 100000 m² de porcelanato polido por mês, a quantidade de rejeito gerada pelo processo de polimento chega a 170 toneladas. Este rejeito não pode ser descartado na natureza devido a fatores ambientais, gerando custos para descarte gerenciado, por isso, o mesmo pode e precisa ser reutilizado em outros ramos da indústria como, por exemplo, na cerâmica vermelha ou reaproveitado, na formulação de outras massas cerâmicas, a fim da produção de novos produtos, e sua reincorporação no ciclo industrial, suprimindo gastos de descarte, e gerando novos lucros, além de proteger o meio ambiente e a população (WIGGERS *et al.*, 2007).

A inserção dos resíduos num ciclo produtivo representa uma opção de recuperação alternativa desses materiais, o que é interessante tanto no aspecto ambiental, como no econômico. Nesse sentido, a indústria cerâmica vem demonstrando grande potencial para a reutilização de resíduos inorgânicos, particularmente os da própria indústria cerâmica e os do beneficiamento mineral (OLIVEIRA, 1998)

O potencial de incorporação de resíduos nas formulações de cerâmicas tradicionais, aliado às elevadas quantidades de recursos naturais consumidos a cada dia por esse segmento industrial, destaca a importância da reutilização de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas, racionalizando o uso dos recursos naturais (CONSTANTINO *et al.*, 2006).

A diminuição gradual na abundância dos recursos minerais, causou a tendência em substituir minerais por matérias-primas alternativas que estão disponíveis em abundância, como os resíduos industriais, desde o início desse século. O que está em acordo com a abordagem ambiental mais recente, que objetiva o desenvolvimento sustentável e enfatiza que o gerenciamento dos resíduos é uma das questões mais

importantes tanto para a saúde pública como para o desenvolvimento industrial no século XXI (MOTTA *et al.*, 2001).

3.3.5 A Reutilização do Resíduo do Polimento do Porcelanato

Devido a sua composição ser basicamente constituída de materiais cerâmicos, o RPP, possui um enorme potencial para reintegrar ciclos da indústria cerâmica, ou até mesmo originar novos materiais para diversas finalidades.

Inúmeros estudos evidenciam a potencialidade e o uso definitivo do resíduo do polimento do porcelanato para diversos fins, tais como:

Marques *et al.* (2007), promoveu um estudo do reaproveitamento do RPP para incorporação em massas cerâmicas comercialmente industriais, onde o resíduo foi adicionado em proporções de 1, 3 e 5% em massa, observando-se após a queima fases cristalinas provenientes do resíduo, tal como a sílica, e ainda a periclase (MgO), proveniente do abrasivo do processo de polimento, logo conclui-se que o resíduo apresenta uma distribuição granulométrica semelhante à das matérias-primas convencionais utilizadas na indústria; a adição de 3 e 5% de resíduo na formulação comercial reduziu a temperatura ótima de queima em 25 e 50°C, respectivamente e provocou um leve aumento na densidade aparente dos corpos de prova. Assim como Santos (2012), concluiu que por possuírem as mesmas fases cristalinas (porcelanato e resíduo do polimento do porcelanato), fase vítrea e fundentes, ele poderá ser usado como matéria prima na produção do porcelanato, pois fornecerá a densificação de revestimentos cerâmicos.

Breitenbach *et al.* (2017), estudou o efeito da adição de RPP em argamassas de restauro à base de cal, substituindo o agregado fino. Concentrações entre 5 e 30% foram estudadas e o comportamento comparado ao da argamassa padrão. Foram realizados ensaios de consistência, densidade de massa aparente, retenção de água e teor de ar incorporado no estado fresco. Para a avaliação do estado endurecido, foram moldados corpos de prova prismáticos ensaiados aos 90 dias de idade para avaliação da resistência mecânica à tração, flexão e compressão e aderência. Os resultados mostraram que a substituição de areia por RPP resultou em maior densidade e compacidade em consequência da diminuição no teor de ar incorporado. As argamassas com concentrações de RPP entre 10 e 20% apresentaram melhor conjunto de propriedades no estado

endurecido, com ganho em retração livre, maior resistência mecânica e aderência. A adição de RPP em substituição parcial da areia resultou em argamassas com melhor desempenho que sugere maior durabilidade, contribuindo para o restauro arquitetônico e preservação do patrimônio histórico com menor número de intervenções.

Oliveira *et al.* (2018) avaliou o seu potencial como material pozolânico para fabricação de argamassas de revestimento. Corpos de prova, preparados com 10% e 20% de substituição de parte do cimento pelo resíduo e também com 10% e 20% de adição do resíduo em relação à massa de cimento, além de amostras de referência, foram submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado. A resistência à compressão pré-envelhecimento determinada para a argamassa com adição de 20% se mostrou superior à resistência das amostras de referência. Estatisticamente, os corpos de prova com substituição de 20% e adição de 10% apresentaram resistência semelhante àquela observada para a argamassa sem resíduo. O ensaio de envelhecimento acelerado indicou que o resíduo reduz a absorção das argamassas.

Bernardin *et al.*, (2006a; 2006b) e Rosso *et al.*, (2005) analisaram o potencial de reciclagem do RPP, e constataram que podem atuar como agentes promotores de expansão em produtos cerâmicos pelo método de formação de bolhas, obtendo-se espumas cerâmicas de baixa densidade. Conclusões semelhantes foram obtidas em estudos realizados na Itália e Espanha nos anos de 1970 (BERNARDIN *et al.*, 2006a; BERNARDIN *et al.*, 2006b). Entretanto, pelo volume de resíduo produzido atualmente os resultados apresentados nessas pesquisas não evidenciam nenhuma solução imediata e com potencial de reciclagem de um grande volume de resíduo, de modo a minimizar os impactos ambientais e econômicos de sua geração.

Kummer *et al.*, (2007) pesquisaram os resíduos provenientes do polimento do porcelanato e das indústrias beneficiadora de feldspato, e prepararam diferentes massas cerâmicas que foram produzidas em diferentes temperaturas de queima (1100°C, 1150°C e 1200°C) e com variações das proporções dos constituintes da massa cerâmica: misturando 1:1 (M1); 1:3 (M2) e 3:1 (M3) de resíduo feldspato, concluindo que o material queimado a temperatura de 1100°C podem ser utilizados pela indústria de revestimento cerâmico para a fabricação de revestimento de paredes. Para os corpos queimados as temperaturas de 1150°C e 1200°C, devido à ocorrência de expansão do material, seriam necessário maior tratamento e retificação na peça final.

Souza (2007) concluiu que a presença do RPP na composição do concreto proporciona muitas mudanças nas características do concreto, tanto no estado fresco como no estado endurecido, tais como: (i) houve um aumento significativo da resistência mecânica à compressão decorrente da utilização do resíduo e (ii) o aumento da concentração de resíduo de porcelanato no traço resultou em uma menor porosidade e absorção, favorecendo a durabilidade do concreto.

Bignozzi *et al.*, (2011) estudaram o uso do RPP em substituição de 25% ao cimento Portland, na resistência à corrosão de argamassas armadas, submetidas a ciclos de umedecimento e secagem em uma solução de cloreto de sódio (NaCl) a 3,5%. Os resultados mostraram que as argamassas com o resíduo de porcelanato apresentaram maior resistência à corrosão em comparação às misturas simples, tornando-se mais evidente com o aumento no tempo de cura.

Silva (2012) utilizou RPP como parte da composição de peças cerâmicas submetidas a secagem e queima, concluindo que a inserção de 12,5% do resíduo ajudou a reduzir a temperatura de queima, provocou diminuição na densidade das peças e não mostrou respostas significativamente diferentes na resistência mecânica.

Becher (2013) utilizando RPP aplicados em argamassa para restauração verificou que a presença do resíduo nas misturas melhorou a coesão, plasticidade, consequentemente a trabalhabilidade no sistema fluído das argamassas e os resíduos como agregados finos podem substituir o agregado miúdo em um percentual de até 20% quando da formulação das argamassas.

Bernardin *et al.*, (2006a; 2006b) e Ji *et al.*, (2015) perceberam que a queima do resíduo de polimento de porcelanato a temperaturas a partir de 1000°C, provocava a dissolução do carbetto de silício (SiC) na fase líquida, resultando em sílica (SiO₂) e dióxido de carbono (CO₂). O CO₂, ao evaporar, gerava elevada quantidade de poros no interior das peças cerâmicas e, o que era ruim para a indústria cerâmica vermelha, poderia ser benéfico para indústria de isolamentos acústicos e térmicos. Todos os autores perceberam que quanto maior a inserção do resíduo do polimento do porcelanato, maior a quantidade de ar aprisionado obtido. Assim, para Bernardin *et al.*, (2006a; 2006b), a porcentagem máxima foi de 12% de adição do resíduo e Ji *et al.*, (2015), baseado na pesquisa de Bernardin *et al.*, (2006a), conseguiram obter um novo material de isolamento utilizando 100% do resíduo do polimento do porcelanato queimado a 1200°C.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

A pesquisa foi realizada, em sua grande parte, na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), nos laboratórios pertencentes ao Centro de Tecnologia (CT). Uma pequena parte da pesquisa ainda foi realizada na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

4.1.1 Seleção da Matéria-Prima

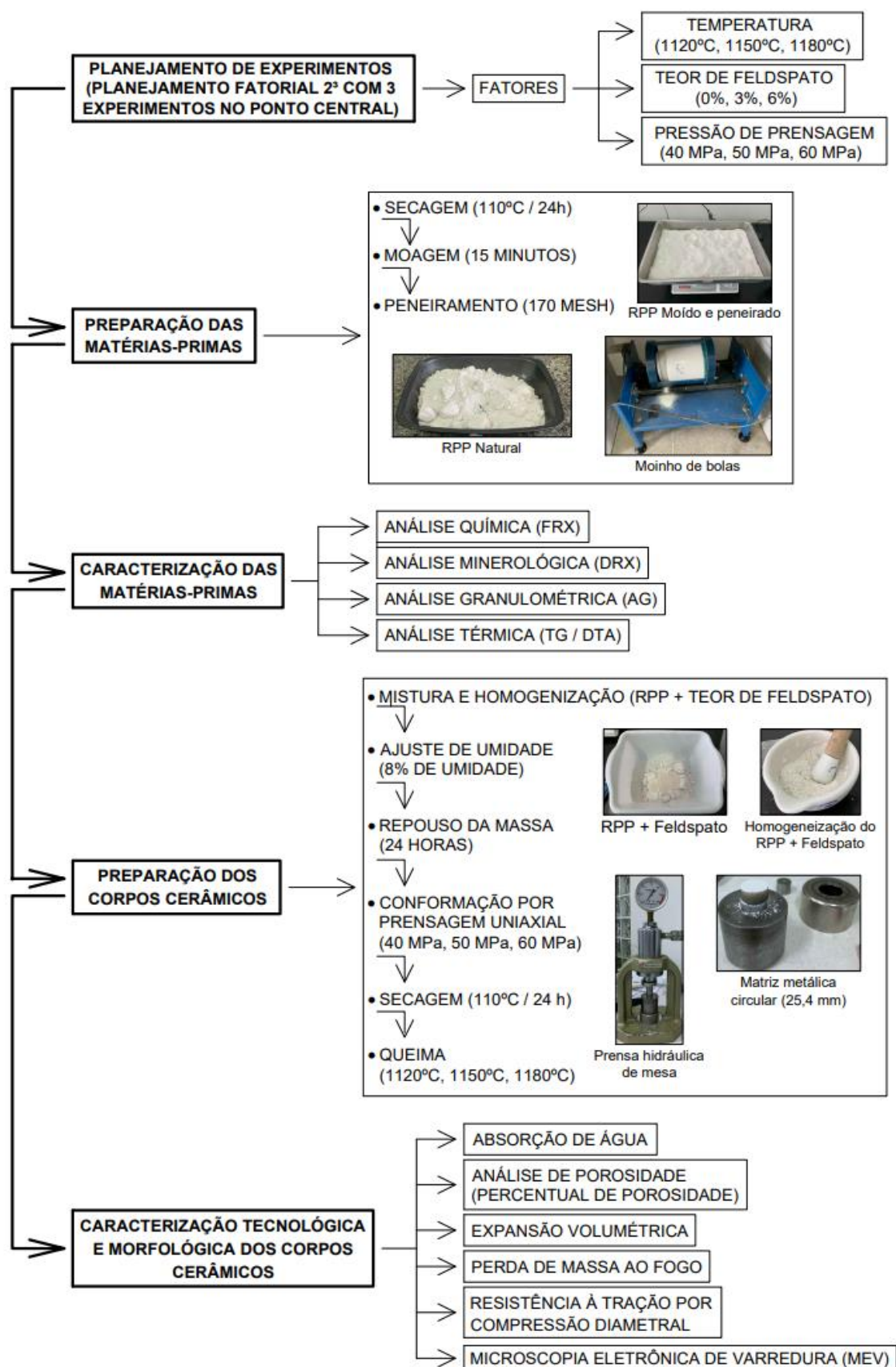
Os materiais utilizados neste trabalho foram:

- Resíduo do polimento do porcelanato (RPP): foi cedido por uma empresa local fabricante de porcelanato polido em João Pessoa- PB. O resíduo foi recolhido na própria indústria, diretamente do chão de fábrica, onde fica acumulando antes de ser descartado, para ser beneficiado e processado nos laboratórios da UFPB.
- Feldspato- utilizado como fundente nesse trabalho foi disponibilizado por uma empresa local de fabricação de porcelanatos em João Pessoa- PB. Trata-se do feldspato utilizado para formulação padrão das massas dessa indústria.

4.2 Metodologia

A metodologia empregada para a produção dos corpos cerâmicos porosos foi realizada na mesma ordem que está esquematizada no fluxograma apresentado na Figura 6, desde o planejamento experimental realizado para a preparação dos corpos de prova até a análise dos resultados obtidos.

Figura 6: Fluxograma esquemático da metodologia empregada.



Fonte: Autora (2020).

4.2.1 Planejamento Experimental- Estudo Estatístico

O planejamento de experimentos, do inglês Design of Experiments (DOE), representa um conjunto de ferramentas estatísticas que permite determinar a influência de diversas variáveis nos resultados de um dado sistema ou processo. A estatística trabalha com a coleta, a apresentação, a análise e uso dos dados para tomar decisões, resolver problemas e planejar produtos e processos.

Portanto, para este trabalho, empregou-se o planejamento fatorial 2^3 com 3 experimentos no ponto central, totalizando 11 experimentos.

A Tabela 5 apresenta os fatores (variáveis independentes), seus níveis e valores codificados. A Tabela 6 contém a matriz completa de planejamento experimental realizado para otimizar a produção dos corpos cerâmicos.

Tabela 5: Fatores analisados, seus níveis e valores codificados.

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
Temperatura (°C)	1120	1150	1180
Teor de fundente (%)	0	3	6
Pressão de prensagem (MPa)	40	50	60

Fonte: Autora (2020).

Tabela 6: Matriz de planejamento fatorial 2^3 com três pontos centrais, valores originais e codificados das variáveis de estudo.

Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de fundente (%)	Pressão de Prensagem (MPa)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)
10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)

Fonte: Autora (2020).

No planejamento experimental fatorial foram avaliados três teores de feldspato incorporado ao RPP (0, 3 e 6% em massa) e três pressões de conformação (40, 50 e 60 MPa), com queimas em três temperaturas diferentes (1120, 1150, e 1180°C), com taxa de aquecimento de 5 °C/min em todas elas.

O planejamento experimental foi feito previamente, com alguns objetivos (RODRIGUES *et al*, 2009; MONTGOMERY, 2001):

- 1) nortear a produção dos corpos de prova;
- 2) redução do número de ensaios sem prejuízo da qualidade da informação;
- 3) estudo simultâneo de diversas variáveis, separando seus efeitos;
- 4) determinação da confiabilidade dos resultados;
- 5) realização da pesquisa em etapas;
- 6) seleção das variáveis que influem num processo com número reduzido de ensaios;
- 7) representação do processo estudado através de expressões matemáticas;
- 8) elaboração de conclusões a partir de resultados quantitativos e qualitativos.

A Tabela 7 apresenta os corpos de prova cerâmicos que foram divididos em 9 grupos de condições de processamento, com diferentes teores de feldspato, pressões de conformação e temperaturas de queima, sendo a condição 5, o ponto central do planejamento experimental.

Tabela 7: Divisão dos corpos de prova por condições de processamento.

CONDIÇÃO 1	• 0% de Feldspato; • 40 MPa de pressão de conformação; • 1120°C de queima.
CONDIÇÃO 2	• 0% de Feldspato; • 40 MPa de pressão de conformação; • 1180°C de queima.
CONDIÇÃO 3	• 0% de Feldspato; • 60 MPa de pressão de conformação; • 1120°C de queima.
CONDIÇÃO 4	• 0% de Feldspato; • 60 MPa de pressão de conformação; • 1180°C de queima.

CONDIÇÃO 5 (Ponto central)	• 3% de Feldspato; • 50 MPa de pressão de conformação; • 1150°C de queima.
CONDIÇÃO 6	• 6% de Feldspato; • 40 MPa de pressão de conformação; • 1120°C de queima.
CONDIÇÃO 7	• 6% de Feldspato; • 60 MPa de pressão de conformação; • 1120°C de queima.
CONDIÇÃO 8	• 6% de Feldspato; • 40 MPa de pressão de conformação; • 1180°C de queima.
CONDIÇÃO 9	• 6% de Feldspato; • 60 MPa de pressão de conformação; • 1180°C de queima.

Fonte: Autora (2020).

Para a análise dos dados obtidos utilizou-se a ANOVA, ou análise de Variância que é um procedimento usado para comparar a distribuição de três ou mais grupos em amostras independentes.

A análise de variância é também uma forma de resumir um modelo de regressão linear através da decomposição da soma dos quadrados para cada fonte de variação no modelo e, utilizando o teste F, testar a hipótese de que qualquer fonte de variação no modelo é igual a zero.

Ainda se utilizou ferramentas como o gráfico de Pareto, a fim de determinar pelo valor de significâncias as variáveis influentes em cada propriedade.

4.2.2 Preparação das Matérias-Primas

O RPP e o feldspato foram recolhidos na indústria de porcelanatos fornecedora dos materiais em João Pessoa-PB, vale salientar que o resíduo foi recolhido diretamente do chão de fábrica.

Para seus beneficiamentos, os materiais foram inicialmente secos em estufa de circulação de ar a 110°C, da marca Solab, modelo SL-102, por um período de 24 horas,

para que houvesse a saída da água do RPP proveniente da indústria, e água residual do feldspato.

Em seguida o RPP foi moído em um moinho com bolas de alumina, para que houvesse o destorroamento dos aglomerados, durante um intervalo de 15 minutos.

Após a moagem, o RPP e o feldspato foram peneirados em peneira de Mesh 170, sem que houvesse seleção de materiais, ou seja, todo o material foi passante pela peneira, apenas para fins de homogeneização, obtendo um produto final como pó fino, para isso houve a maceração do material com o auxílio de um almofariz e um pistilo, ambos em porcelana.

Para a obtenção dos corpos cerâmicos foram determinadas 3 formulações distintas entre o RPP e o feldspato, de acordo com o planejamento experimental, sendo elas:

- 1) Formulação com o RPP 100% puro;
- 2) Formulação com o RPP mais a adição de 3% de feldspato, em massa;
- 3) Formulação com o RPP com a adição de 6% de feldspato, em massa.

A adição de feldspato em 2 formulações foi planejada para a análise da influência da adição de um componente fundente ao RPP observando se o mesmo seria capaz de modificar a temperatura característica de formação de poros do RPP e suas propriedades, visando diminuir a temperatura de formação de poros, sem que houvesse prejuízo na formação do corpo cerâmico poroso obtido.

O beneficiamento das matérias-primas foi realizado no laboratório de materiais cerâmicos (LMC), da UFPB.

4.2.3 Caracterização das Matérias-Primas

4.2.3.1 Análise Química das Matérias-Primas

Para a determinação da composição química das matérias-primas foi utilizada a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X (FRX). A análise química por fluorescência de raios X foi realizada em modo qualitativo/quantitativo em espectrômetro modelo FRX 1800 da Shimadzu, no qual os raios X são gerados por meio de tubo com alvo de Rh.

As análises foram realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR), UFPB.

4.2.3.2 Análise Mineralógica

Foi utilizada a Difractometria de raios X (DRX) para identificar e quantificar as fases cristalinas das matérias-primas. Para realização das análises, foi utilizado um difratômetro de Raios X, XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi $K\alpha$ do Cu (40KV/30mA); a velocidade do goniômetro foi de 2°/min e passo de 0,02° e varredura de 3° a 55°.

As análises foram realizadas no Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM), da UFPB.

4.2.3.3 Análise Granulométrica por Difração à Laser

A análise granulométrica por difração à laser (AG) utiliza o método de dispersão de partículas em fase líquida associado com o processo de medida óptica através de difração de laser. Para análise granulométrica utilizou-se um granulômetro da marca CILAS, modelo 1064, em modo úmido, até atingir a concentração ideal que é de 150 unidades de difração/área de incidência.

As análises foram realizadas no Laboratório de Cerâmica (LMC) da UFPB.

4.2.3.4 Análise Térmica Diferencial (DTA) e termogravimétrica (TG)

Na análise térmica diferencial (DTA) e termogravimétrica (TG) são observadas as faixas de temperatura em que ocorre perda de massa ou transformações endotérmicas e exotérmicas. As análises foram realizadas no equipamento TA 60H da Shimadzu. A varredura inicia na faixa de 25 °C até 1000 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min. A atmosfera foi de ar sintético, e utilizou-se cadinho de porcelana. O registro da variação de massa e da diferença de temperatura foi feito simultaneamente.

As análises foram realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR), UFPB.

4.2.4 Preparação dos Corpos Cerâmicos

4.2.4.1 Mistura e Homogeneização, Ajuste de Umidade e Repouso da massa

Após a preparação e caracterização das matérias-primas, houve a preparação das massas para a produção dos corpos cerâmicos com as diferentes formulações (0, 3 e 6%, em massa, de feldspato) previamente determinadas pelo planejamento experimental. Para isso, o feldspato foi pesado, em balança de precisão analítica da marca Gehaka, modelo AG200, nas proporções pré-determinadas, e em seguida adicionado ao RPP. Foi, então, adicionada uma quantidade necessária de 8% de umidade (água destilada), e o material foi misturado em um almofariz com o auxílio de um pistilo, ambos de porcelana. Após esse processo, as massas ficaram em repouso por 24 horas antes do processo de conformação.

Esta etapa foi realizada no laboratório de materiais cerâmicos (LMC) da UFPB.

4.2.4.2 Conformação

Os corpos cerâmicos foram, então, conformados em uma matriz metálica de formato circular com 25,4 mm de diâmetro, via prensagem uniaxial através de uma prensa hidráulica de mesa da marca Shimadzu.

Para isso utilizaram-se 3 medidas de pressão: 40, 50 e 60 MPa. Após a aplicação da pressão foi dado um alívio de 10 segundos, recolocando a carga em seguida, e havendo uma permanência de mais 30 segundos para o posterior desmolde do corpo cerâmico. Após o desmolde, os corpos de prova foram medidos com paquímetro digital.

As pressões foram impostas nos corpos cerâmicos das diferentes formulações de acordo com o planejamento experimental feito anteriormente.

A conformação dos corpos cerâmicos foi realizada no Laboratório de solidificação rápida (LSR) da UFPB.

4.2.4.3 Secagem

Após a conformação os corpos cerâmicos foram, novamente, levados para secagem em estufa de circulação de ar, da marca Solab, modelo SL-102 com a finalidade da retirada da água incorporada para a homogeneização. Após secos, os corpos de prova, também, foram medidos com paquímetro digital.

A secagem dos corpos de prova foi realizada no Laboratório de materiais cerâmicos (LMC) da UFPB.

4.2.4.4 Queima

Os corpos cerâmicos foram queimados em forno elétrico tipo mufla da marca Fortlab, modelo MC 1200/450, em 3 temperaturas distintas: 1120, 1150 e 1180 °C. A escolha das temperaturas foi baseada em estudos da literatura, com composições ricas em RPP. Esses estudos apontam que em temperaturas inferiores a 1120 °C, não há o aumento de porosidade do material, e consequentemente não há a expansão do mesmo. Utilizou-se uma taxa de aquecimento de 10 °C por minuto e um patamar de permanência de 30 minutos após alcançar a temperatura final (KUMMER *et al*, 2007; BERNARDIN *et al.*, 2006b; ROSSO *et al.*, 2005).

Ao serem retirados do forno, novas medições foram realizadas, com paquímetro digital.

As queimas foram realizadas no laboratório de Tecnologia de materiais (LTM) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), e as temperaturas foram impostas aos corpos cerâmicos de acordo com o planejamento experimental.

4.2.5 Caracterização Tecnológica e Morfológica dos Corpos Cerâmicos

Após a etapa de sinterização dos corpos cerâmicos, foram realizados os ensaios para obtenção das propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos porosos obtidos, a fim da análise de absorção de água, percentual de porosidade, expansão volumétrica, perda de massa ao fogo, resistência à tração por compressão diametral, e a análise da morfologia de superfícies.

4.2.5.1 Absorção de Água (AA)

A absorção de água é uma propriedade do corpo cerâmico e está diretamente relacionada com a porosidade da peça. É um importante fator que interfere na durabilidade dos materiais cerâmicos, pois está relacionada com a resistência aos ataques químicos e físicos do meio ambiente. A absorção de água decresce com o aumento da temperatura de queima.

A absorção de água (Equação 1) é o valor em porcentagem, da massa de água absorvida pelo corpo após a sinterização. Para sua determinação, as amostras foram submersas em água por um período de 24 h e em seguida foram pesadas com intuito de se obter o valor referente a seu peso úmido. O valor da propriedade foi obtido por meio da seguinte equação (SOUZA SANTOS, 1992):

$$AA (\%) = \frac{P_u - P_q}{P_q} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

P_u = Peso úmido (g);

P_q = Peso seco após a queima (g).

4.2.5.2 Percentual de Porosidade

Segundo Oliveira (2002), porosidade é a relação entre o volume de poros e o volume total aparente do material (argila ou cerâmica), sendo função da natureza dos constituintes, forma, tamanho e posição relativa das partículas e também dos processos de fabricação.

O cálculo do percentual de porosidade fornece o percentual do volume de poros abertos, após a sinterização, dos corpos de prova em relação ao seu volume total (SOUZA SANTOS, 1992).

O percentual de porosidade foi determinado por meio da relação entre massa específica do corpo cerâmico queimado e a massa específica do corpo cerâmico seco, conforme expresso na Equação 2 (CHEN *et al.*, 2011; CHEN *et al.*, 2012; HASHEMINIA *et al.*, 2012).

$$P (\%) = \left(1 - \frac{\rho_{\text{corpo cerâmico queimado}}}{\rho_{\text{corpo cerâmico seco}}}\right) \times 100 \quad \text{Equação 2}$$

P= Percentual de porosidade (%)

ρ queimado= Massa específica do corpo de prova cerâmico queimado (g/cm³)

ρ seco= Massa específica do corpo cerâmico seco (g/cm³)

A massa específica foi determinada pela relação entre a massa (m) de um corpo de prova, medido em balança analítica, e seu volume (V), medido com paquímetro digital, sendo calculada pela Equação 3:

$$\rho_{\text{corpo de prova}} = \left(\frac{m}{V}\right) \quad \text{Equação 3}$$

ρ = massa específica do corpo de prova (g/cm³);

m = massa do corpo de prova medida em balança analítica (g);

V = volume do corpo de prova (cm³).

4.2.5.3 Expansão Volumétrica

O percentual de expansão volumétrica foi calculado com base na variação do volume do corpo cerâmico antes e após a sinterização. O volume dos corpos cerâmicos antes da queima foi calculado com base nas medidas, feitas com paquímetro digital, da altura e diâmetro dos corpos de prova após a secagem, obtendo-se assim, o volume antes da queima (V_1). O volume após a queima (V_2) também foi mensurado empregando medições com paquímetro digital em dois pontos distintos para a altura e o diâmetro do corpo poroso. Com estes dados, a expansão volumétrica foi calculada de acordo com a Equação 4.

$$E (\%) = \frac{V_2 - V_1}{V_1} \times 100 \quad \text{Equação 4}$$

E= percentual de expansão (%)

V_1 = volume antes da queima (cm³)

V_2 = volume após a queima (cm³)

4.2.5.4 Perda de Massa ao Fogo (PF)

A determinação dessa propriedade é feita por meio dos pesos dos corpos cerâmicos após secagem a 110°C e após sinterização (SOUZA SANTOS, 1992).

Os cálculos são feitos a partir da Equação 5.

$$PF (\%) = \frac{(P_s - P_q)}{P_s} \times 100 \quad \text{Equação 5}$$

P_s = Peso seco (g);

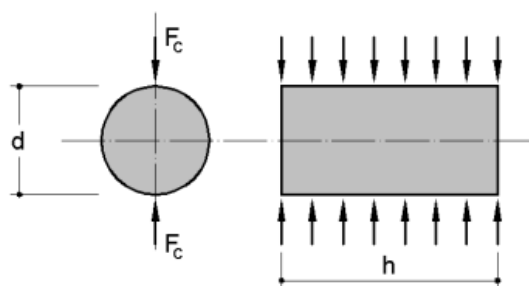
P_q = Peso seco após a queima (g).

4.2.5.5 Resistência à Tração pelo Ensaio de Compressão Diametral

Para a realização do ensaio de resistência à tração por compressão diametral, um corpo de prova cilíndrico é colocado com o eixo horizontal entre os pratos da prensa, sendo aplicada uma força até a sua ruptura por tração indireta (PINHEIRO *et al.*, 2004).

A Figura 7 Apresenta o esquema de forças aplicadas sob o corpo de prova no ensaio de compressão diametral, de onde são retiradas as informações para o cálculo da resistência à tração.

Figura 7: Esquema de forças aplicadas no ensaio de compressão diametral



Fonte: Pinheiro *et al.* (2004)

Segundo a NBR 7222 (ABNT, 2011), neste ensaio são retirados resultados de resistência à tração de forma indireta. A resistência à tração por compressão diametral é encontrada através da Equação 6.

$$R_t = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot d \cdot h} \quad \text{Equação 6}$$

R_t = Resistência à tração indireta (MPa);

d = Diâmetro do corpo de prova (mm);

h = Altura do corpo de prova (mm);

F = Força aplicada (N)

O ensaio de compressão diametral foi realizado no laboratório de solidificação rápida (LSR) da UFPB.

4.2.5.6 Análise Morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV foi utilizado para o estudo da morfologia das superfícies das seções dos corpos de prova pós queima, quebrados após a realização do ensaio de compressão diametral, para permitir o estudo da morfologia e visualização da porosidade gerada nas amostras que foram submetidas a diferentes temperaturas. As amostras foram recobertas com ouro para análise no equipamento da marca LEO, modelo 1430.

As imagens de MEV foram obtidas no laboratório de solidificação rápida (LSR), UFPB.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Análise das Caracterizações das Matérias-Primas

5.1.1 Análise Química das Matérias-Primas

As Tabela 8 e 9 apresentam o resultado da análise química do RPP e do feldspato, respectivamente, onde pode-se analisar os compostos químicos presentes nesses materiais e seus respectivos percentuais.

Tabela 8: Resultado da análise química feita através de FRX do RPP utilizado no trabalho.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	
SiO₂	77,01%
Al₂O₃	13,27%
MgO	4,07%
Na₂O	1,76%
CaO	1,52%
K₂O	0,75%
Fe₂O₃	0,69%
Outros	0,93%

Fonte: Autora (2020).

Observa-se que a maior parte do RPP é composto por sílica (SiO₂), e alumina (Al₂O₃), aproximadamente 90%, em massa, que são favoráveis para a formação de materiais cerâmicos, além da importância desses compostos como formadores das agulhas de mulita durante a queima, conferindo resistência mecânica aos corpos cerâmicos.

Óxidos sódico, e potássico, que são os fundentes naturais presentes na massa de porcelanato, proporcionam a formação da fase vítrea e a consequente densificação do material quando submetidos a altas temperaturas, que durante a queima vitrifica formando o esqueleto do corpo.

Esses constituintes são provenientes do porcelanato cuja composição base se dá por feldspatos, areias feldspáticas e, às vezes, caulins, filitos e aditivos, corroborando os resultados encontrados na literatura por Luz *et al.*, (2008); Rosso *et al.*, (2005); e Chatterjee *et al.*, (2001).

Há, também, presente em sua composição compostos magnesianos como o MgO, provenientes dos cimentos abrasivos utilizados nas lixas do processo de polimento do porcelanato, por meio das cabeças polidoras, assim como parte da sílica é oriunda desse processo. Corroborando que os materiais presentes nas cabeças polidoras também fazem parte da composição do RPP.

Dessa forma, pode-se afirmar que o RPP é composto principalmente pela própria formulação do porcelanato e pelo resíduo gerado pelo polidor, ambos na etapa de polimento.

Tabela 9: Resultado na análise química feita através de FRX do feldspato utilizado no trabalho.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	
SiO₂	82,77%
Al₂O₃	9,87%
Na₂O	3,92%
K₂O	0,98%
CaO	0,74%
Outros óxidos	0,51%

Fonte: Autora (2020).

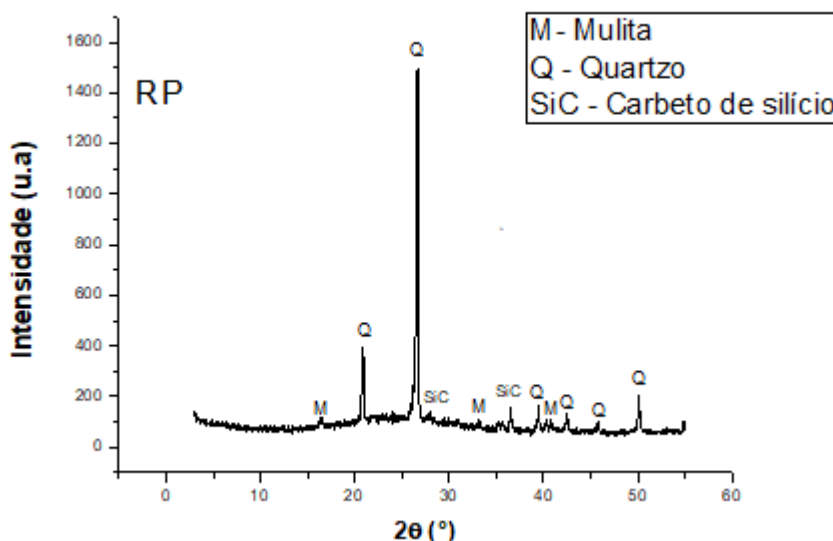
Verifica-se que sua composição é formada em sua grande maioria por sílica e alumina, com um teor de óxido de sódio maior do que o de óxido de potássio, indicando ser um feldspato sódico.

Os feldspatos sódicos são caracterizados por apresentarem baixo ponto de fusão em relação aos outros tipos de feldspatos (em torno de 1.170°C) e por uma fusão abrupta, bem como retração e fusibilidade dependentes da temperatura. A massa fundida do feldspato sódico tem viscosidade mais baixa, com capacidade, então de penetrar nos poros das peças cerâmicas e dificultar ou até impedir a formação de poros, por isso a extrema importância dos baixos teores de feldspato utilizados para os fins requeridos nesse trabalho, uma vez que o maior objetivo é a formação de poros durante a queima.

5.1.2 Análise Mineralógica das Matérias-Primas

As Figuras 8 e 9, apresentam os difratogramas do RPP e feldspato, respectivamente, que foram obtidos a partir do ensaio de DRX, com os picos característicos das fases cristalinas presentes em cada um deles.

Figura 8: Difratoograma do RPP, com os picos característicos de suas fases cristalinas.



Fonte: Autora (2020).

O difratograma do RPP apresenta picos característicos da presença de quartzo, mulita, e carbeto de silício.

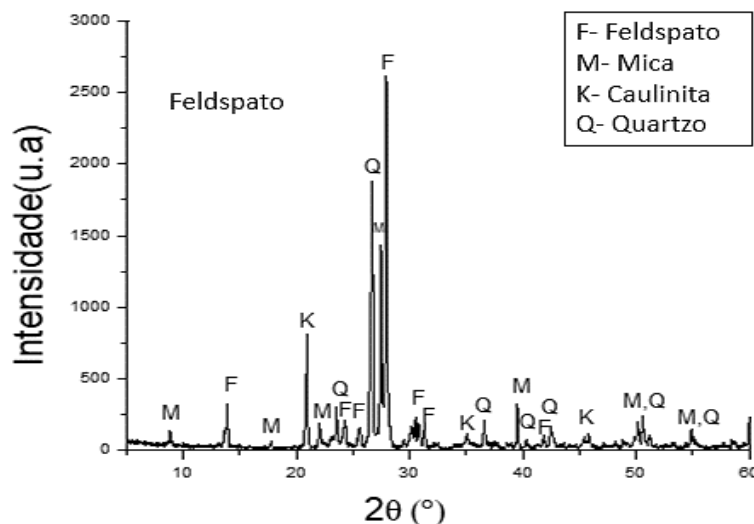
O quartzo é proveniente da massa do porcelanato, é o principal agente formador do esqueleto da peça cerâmica e confere a peça estabilidade dimensional, regulando a retração processo.

A fase da mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) é proveniente da cristalização do porcelanato a partir de 1200°C , uma vez que é resultado das reações de vitrificação das argilas que possuem como minerais argilosos a caulinita e a illita, além de outros aluminossilicatos, e formam agulhas que compõem o esqueleto do corpo cerâmico e contribui para o aumento da resistência mecânica.

O carbeto de silício é proveniente do processo do polimento do porcelanato, principalmente dos agentes abrasivos presentes na polidora.

A presença de quartzo e mulita no difratograma, justifica os percentuais de SiO_2 e Al_2O_3 encontrados na análise química, bem como o carbeto de silício do abrasivo, justifica o teor de MgO , uma vez que esse composto é usado como matriz cimentícia para as lixas abrasivas de carbeto de silício e compostos diamantados.

Figura 9: Difratoograma do feldspato com os picos característicos de suas fases cristalinas.



Fonte: Autora (2020).

O difratograma do feldspato apresenta picos característicos da presença de caulinita, quartzo, mica e feldspato.

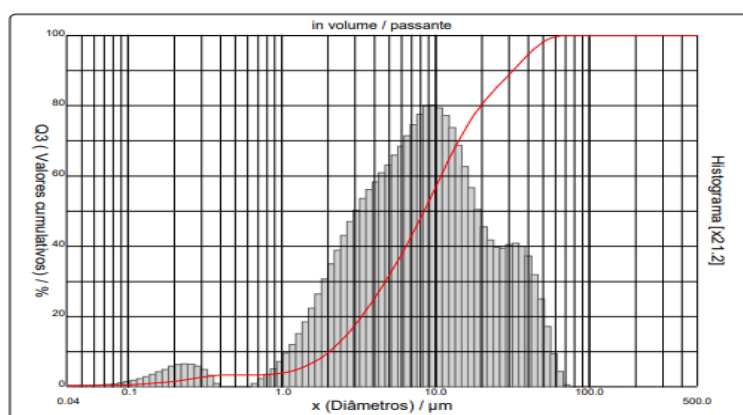
As presenças do quartzo e da caulinita são corroboradas pelos altos teores de dióxido de silício e dióxido de alumínio presente em sua composição química.

A presença de picos característicos de mica e feldspato são provenientes dos teores dos óxidos de sódio, potássio, cálcio, além da presença de alumínio e silício, que originam essas fases cristalinas.

5.1.3 Análise Granulométrica das Matérias-Primas

As figuras 10 e 11 apresentam os histogramas com as distribuições granulométricas do RPP e feldspato respectivamente, realizadas por uma análise granulométrica à laser.

Figura 10: Histograma da distribuição granulométrica do RPP.

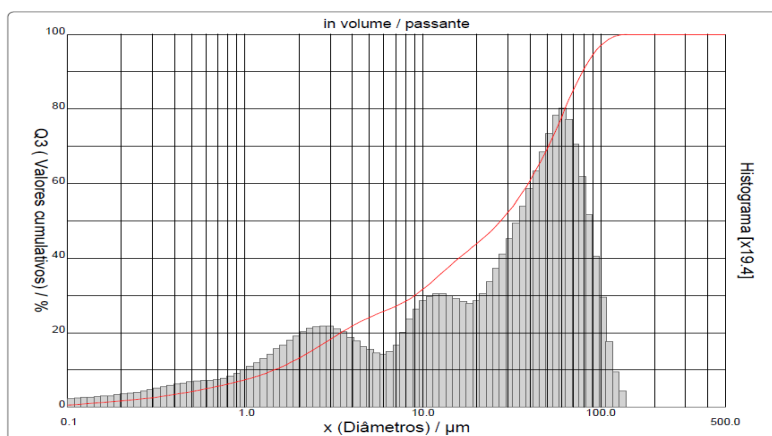


Fonte: Autora (2020).

Segundo a análise granulométrica, o resíduo apresenta um diâmetro médio de 12,71 μm , e, sendo 10% da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 2,03 μm , diâmetro a 50% de 8,52 μm e diâmetro a 90% de 31,89 μm .

Logo, verificou-se que o resíduo, com dimensões máximas abaixo de 74 μm , confirmando os valores encontrados na literatura (MARQUES *et al.*, 2007; SOUZA 2007).

Figura 11: Histograma da distribuição granulométrica do feldspato.



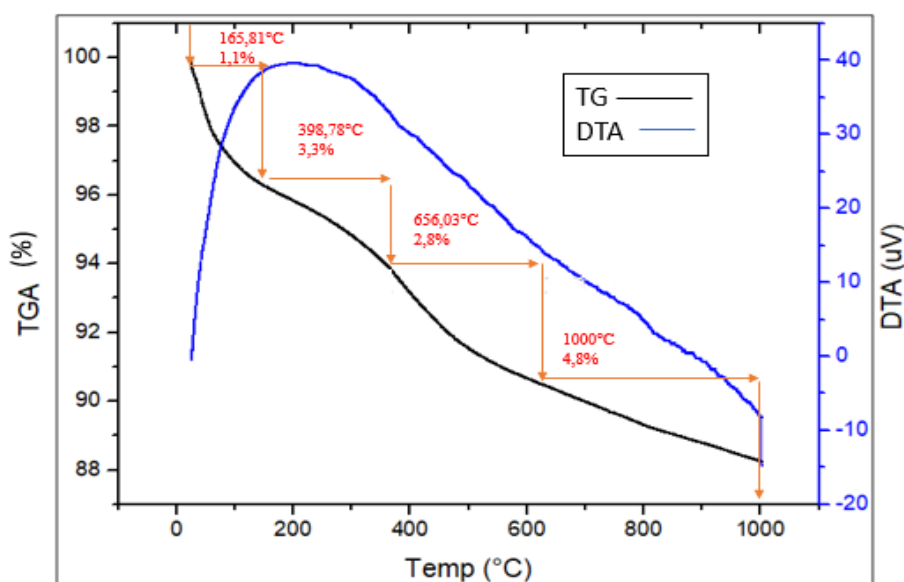
Fonte: Autora (2020).

Segundo a análise granulométrica, o feldspato apresenta um diâmetro médio de 34,21 μm , e, diâmetro a 50% de 27,37 μm e diâmetro a 90% de 78,73 μm . Tendo abaixo de 13,16% da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 2 μm ,

5.1.4 Análise Térmica das Matérias-Primas

As Figuras 12 e 13 apresentam a análise térmica diferencial e termogravimétrica do RPP e do feldspato, respectivamente, mostrando os fenômenos de perda de massa que ocorrem com os materiais de acordo com o aumento da temperatura.

Figura 12: Curvas de termogravimetria e análise térmica diferencial do RPP, e intervalos de temperatura e percentuais de perda de massa definidos por termogravimetria diferencial.



Fonte: Autora (2020).

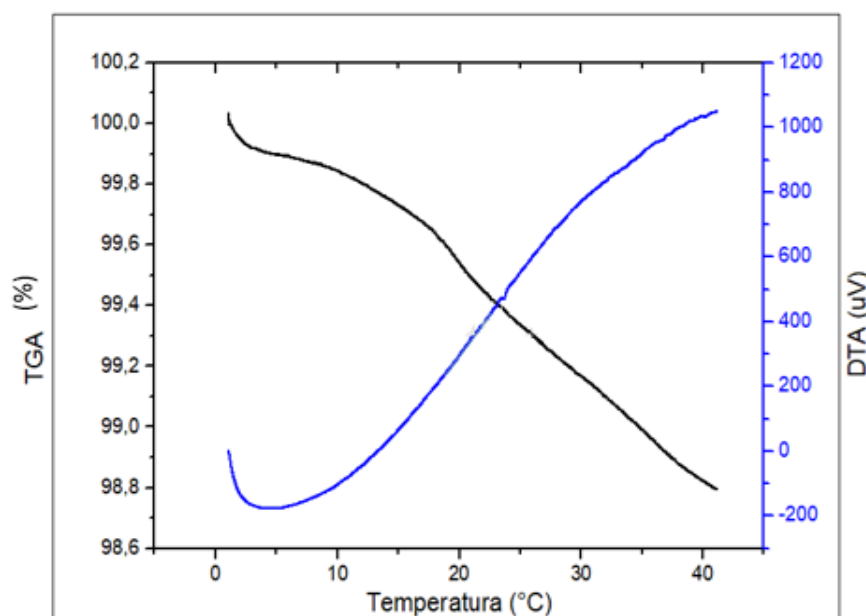
Observa-se na curva de TG e aos intervalos de temperaturas correspondentes à DTG (Figura 12), 4 etapas distintas de decomposição:

- 1) a primeira que se dá da temperatura ambiente até 165,81°C é a perda de água livre e adsorvida, de aproximadamente 1,1%;
- 2) no intervalo de temperatura de 165,81°C a 398,78°C ocorreu uma perda de massa de cerca de 3,3% referente a matéria orgânica;
- 3) entre as temperaturas de aproximadamente 400°C a 656°C houve uma perda de massa de cerca de 2,8%, provavelmente relacionados à desidroxilação;
- 4) e na faixa de 656°C a 1000°C ocorre uma perda de massa provavelmente correspondente à decomposição de carbonatos, de aproximadamente 4,8%.

Analisando a curva de DTA do RPP, verifica-se que apresenta: pico endotérmico referente à evaporação de água livre, banda exotérmica entre 160 e 400°C referente à decomposição de matéria orgânica, um pequeno pico endotérmico a aproximadamente a 580°C relacionado a transformação do quartzo e perda de hidroxilas e uma banda exotérmica de aproximadamente 620°C a 850°C possivelmente relacionada à decomposição do carbonato e liberação de dióxido de carbono.

Resultados semelhantes foram encontrados por SILVA (2012), NASCIMENTO (2016), e MONTANO *et al* (2001).

Figura 13: Curvas de termogravimetria e análise térmica diferencial do feldspato.



Fonte: Autora (2020).

De acordo com a TG e DTG do feldspato (Figura 14) foi possível constatar uma perda mínima de massa, em torno de 1,2%. Provavelmente, essa pequena perda de massa resultante de água livre ou impurezas presentes na amostra.

Já a análise da curva DTA do feldspato não apresenta evidências de transições térmicas consideráveis.

5.2 Análise Estatística das Propriedades Tecnológicas

Segundo o planejamento experimental adotado para a realização deste trabalho, o teor de feldspato, a pressão de prensagem e a temperatura de queima foram as variáveis independentes analisadas. Avaliou-se o efeito destas variáveis independentes, além de suas interações, sobre as propriedades físico-mecânicas do material: absorção de água, percentual de porosidade, expansão volumétrica, perda de massa ao fogo e resistência mecânica à tração por compressão diametral.

Todos os ensaios tecnológicos foram realizados após a queima dos corpos cerâmicos.

5.2.1 Absorção de Água

A Tabela 10 apresenta a matriz completa de planejamento experimental para análise da absorção de água dos corpos cerâmicos. São apresentados os resultados dos experimentos, com repetição, para as diversas condições estabelecidas, calculadas de acordo com a Equação 1.

Tabela 10: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para absorção de água dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida.

Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de feldspato (%)	Pressão de prensagem (MPa)	Absorção de água (%)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)	0,59; 0,63; 0,11
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)	0,40; 0,27
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)	0,35; 0,59; 0,79
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)	0,24; 0,65; 0,10
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)	0,45; 0,07; 0,17
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)	0,17; 0,67; 0,03
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)	1,21; 0,03
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)	1,51; 0,45; 0,17
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	0,03; 0,03; 0,10

10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	0,48; 0; 0,03
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	0,14; 0,31; 0,07

Fonte: Autora (2020).

Observa-se que os valores de absorção de água variaram bastante para o mesmo experimento, não apresentando reprodutibilidade e tornando a análise da interferência dos fatores estudados inconclusiva para essa propriedade. Conclui-se apenas que os valores variaram de 0,03% (Experimentos 9 e 10) a 1,51% (Experimento 8). A falta de reprodutibilidade possivelmente se deve a variação na porosidade aberta do corpos cerâmicos obtidos que, visualmente, apresentava regiões impermeáveis e regiões com alguma porosidade aberta, apresentando uma porosidade aberta superficial mal distribuída. É importante citar a dificuldade na imersão em água dos corpos cerâmicos, que devido à baixa densidade, flutuavam e não ficaram totalmente imersos em água, logo, para realização do ensaio conforme norma, para manter os corpos cerâmicos imersos em água durante 24 horas, foi necessária a montagem de um sistema simples com a atuação de um peso externo, para manter os corpos cerâmicos submersos.

Os corpos cerâmicos obtidos apresentam, em geral, baixa absorção de água, que é uma característica importante para finalidades onde a absorção de água é indesejada, como por exemplo: a produção de corpos cerâmicos para revestimentos de paredes, isolamento hídrico, entre outras aplicações, como estudado anteriormente por Motta, (1998).

5.2.2 Análise do Percentual de Porosidade

A Tabela 11 apresenta a matriz completa de planejamento experimental para análise da porosidade dos corpos cerâmicos. São apresentados os resultados dos experimentos, com repetição, para as diversas condições estabelecidas, calculados de acordo com a Equação 2.

Tabela 11: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para porosidade dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida.

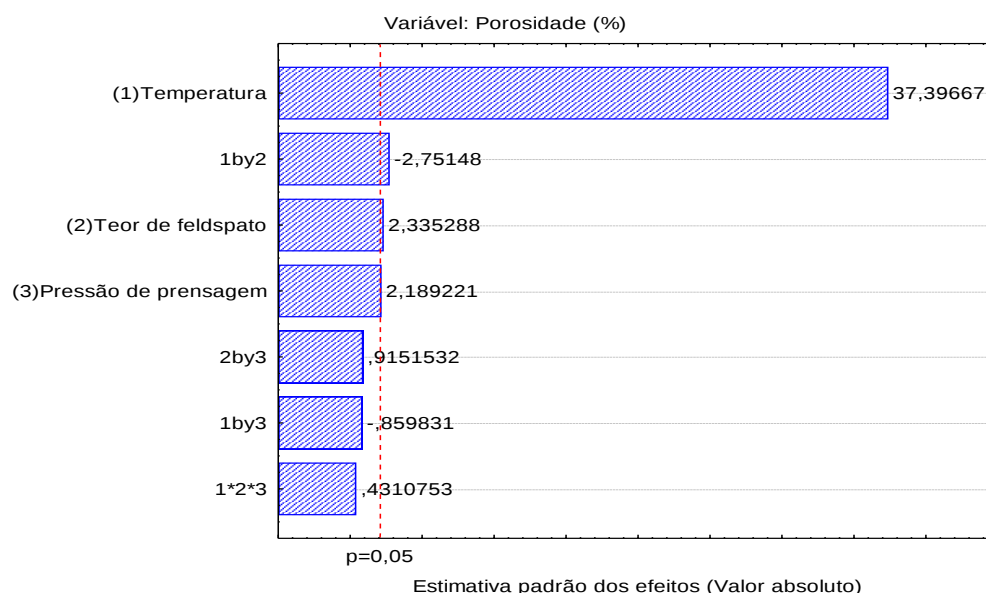
Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de feldspato (%)	Pressão de prensagem (MPa)	Porosidade (%)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)	28,03; 29,49; 26,88
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)	64,99; 67,20
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)	29,70; 30,14; 37,47
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)	64,33; 65,45; 65,99
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)	31,05; 32,09; 28,46
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)	67,19; 67,08; 66,39
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)	31,15; 38,72
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)	67,67; 66,62; 68,99
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	54,00; 55,07; 54,43
10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	56,63; 52,27; 56,99
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	55,00; 54,78; 56,77

Fonte: Autora (2020).

A Figura 14 apresenta o diagrama de Pareto para o planejamento fatorial 2^3 tendo como variáveis independentes (1) temperatura, (2) teor de feldspato e (3) pressão de prensagem, bem como as interações entre elas (1by2, 2by3, 1by3, 1*2*3) e como variável resposta a porosidade. O ponto acima do qual os efeitos estimados são estatisticamente significativos ($p = 0,05$) está indicado pela linha vertical vermelha tracejada.

Para análise estatística dos resultados, utilizou-se o valor de significância referência ($p=0,05$), que significa que a probabilidade de obter um valor da estatística de teste como o observado é muito improvável, levando assim à rejeição da hipótese nula.

Figura 14: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da porosidade



Fonte: Autora (2020).

Analisando o diagrama observa-se que as variáveis significativas (que cruzam a linha de referência) para a porosidade foram temperatura, teor de feldspato, pressão de prensagem e a interação entre temperatura e teor de feldspato. Esses fatores são estatisticamente significativos, ao nível de significância $p = 0,05$ e nível de 95% de confiança. As outras interações entre os fatores não apresentaram significância para a porosidade dos corpos cerâmicos.

Considerando a análise desse diagrama (Figura 14), a Tabela 12 apresenta os efeitos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

Tabela 12: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 13 e seus erros-padrão (em %).

Média	50,76 ± 0,39
Efeitos principais:	
1 -Temperatura	34,94 ± 0,93
2- Teor de Feldspato	2,22 ± 0,93
3- Pressão de prensagem	2,09 ± 0,93
Interação de dois fatores:	
12	2,09 ± 0,93

Fonte: Autora (2020).

Analisando os efeitos principais da Tabela 12 pode-se concluir que quando a temperatura é aumentada de 1120°C para 1180°C, ocorre um aumento médio de cerca de 34,94% na porosidade dos corpos cerâmicos. Quando o teor de feldspato é aumentado de 0% para 6%, ocorre um aumento médio de cerca de 2,22% na porosidade e quando a pressão de prensagem é aumentada de 40MPa para 60MPa, ocorre um aumento médio de cerca de 2,09% na porosidade dos corpos cerâmicos. Logo, o maior efeito apresentado na porosidade é da variação da temperatura, na faixa experimental investigada.

O aumento da porosidade dos corpos cerâmicos para temperaturas mais elevadas é justificado pela dissolução do carбето de silício em sílica e dióxido de carbono, que começa a partir de 1100°C, onde o dióxido de carbono é liberado em forma de gás, ficando, em parte, aprisionado na microestrutura cerâmica, contribuindo para a formação dos poros, corroborando os resultados encontrados por Bernardin *et al.*, (2006b) e Rosso *et al.*, (2005).

Considerando esses efeitos, foram calculados os coeficientes de regressão da Equação 7, que descreve a porosidade prevista pelo modelo linear, em função das variáveis descodificadas, no modelo reparametrizado que contém apenas os termos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

$$P \text{ (\%)} = -671,534^{*}_{(\pm 25,026)} + 0,623T^{*}_{(\pm 0,022)} + 15,758F^{*}_{(\pm 5,906)} + 0,105P^{*}_{(\pm 0,046)} - 0,013Tx F^{*}_{(\pm 0,005)} \quad \text{Equação 7}$$

T= temperatura;

F = teor de feldspato;

P = pressão de prensagem.

*Estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

A Tabela 13 apresenta o resultado do Teste F, para regressão e para falta de ajuste, e R² (% de variação explicada) obtido da ANOVA para a resposta porosidade.

Tabela 13: Teste F obtido da ANOVA para a resposta porosidade

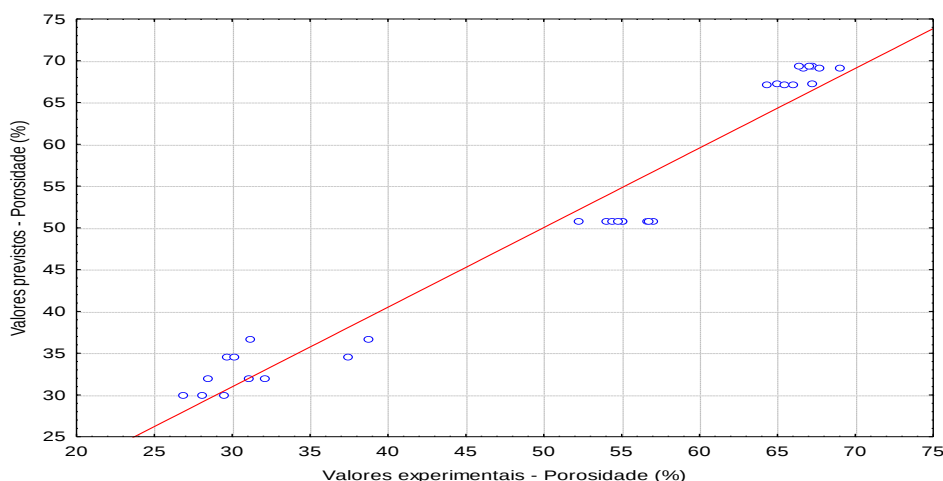
Fonte de variação	F _{calculado}	F _{tabelado}	F _{calculado} /F _{tabelado}
Regressão	130,58	$F_{4;26; 0,05} = 2,74$	47,66
Falta de ajuste	13,01	$F_{4;22; 0,05} = 2,82$	4,61

% de variação explicada (R^2) = 95,26%

Fonte: Autora (2020).

Analizando o teste F obtido da ANOVA para a resposta porosidade observa-se que $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$ para regressão é maior do que 10, portanto é possível afirmar que o modelo além de ser significativo é também útil para fins de previsão, quer dizer, preditivo. Observa-se que o modelo apresenta uma pequena falta de ajuste, no entanto, o elevado valor de R^2 indica que o modelo ajustado não apresenta variabilidade considerável.

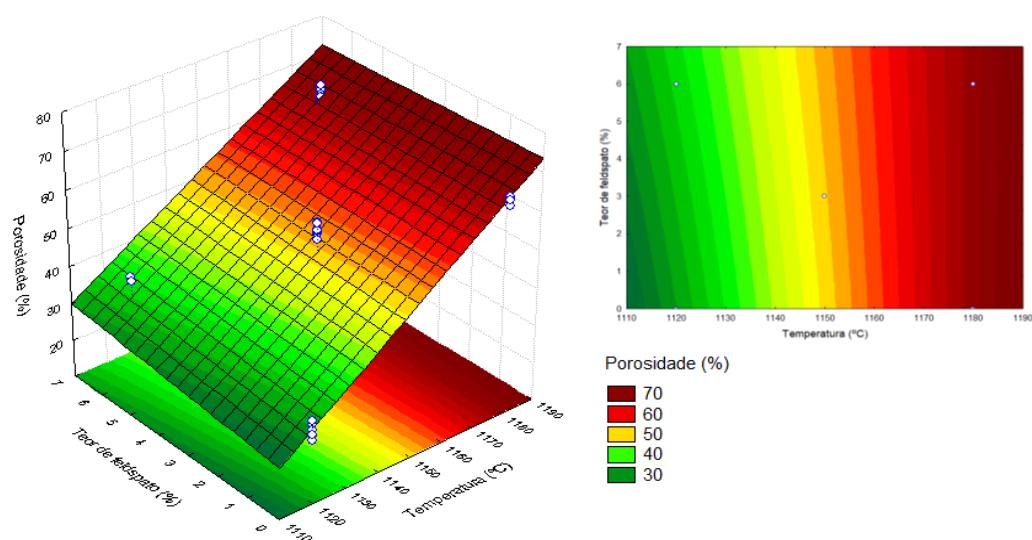
A Figura 15 apresenta os resultados experimentais versus os resultados previstos pelo modelo ajustado, mostrando uma boa concordância entre eles.

Figura 15: Valores experimentais da porosidade (%) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado.

Fonte: Autora (2020).

As Figuras 16, 17 e 18 apresentam as superfícies de respostas e as curvas de contorno correspondente ao modelo ajustado para porosidade, em função da temperatura e teor de feldspato, fixando a pressão de prensagem em 40, 50 e 60 MPa, respectivamente.

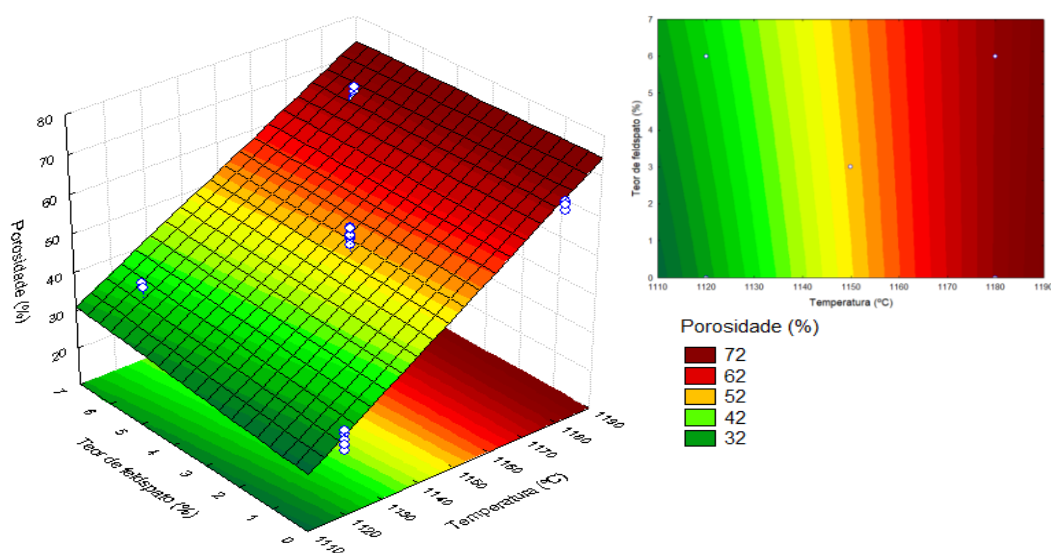
Figura 16: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 40MPa.



Pressão de prensagem fixa - 40MPa

Fonte: Autora (2020).

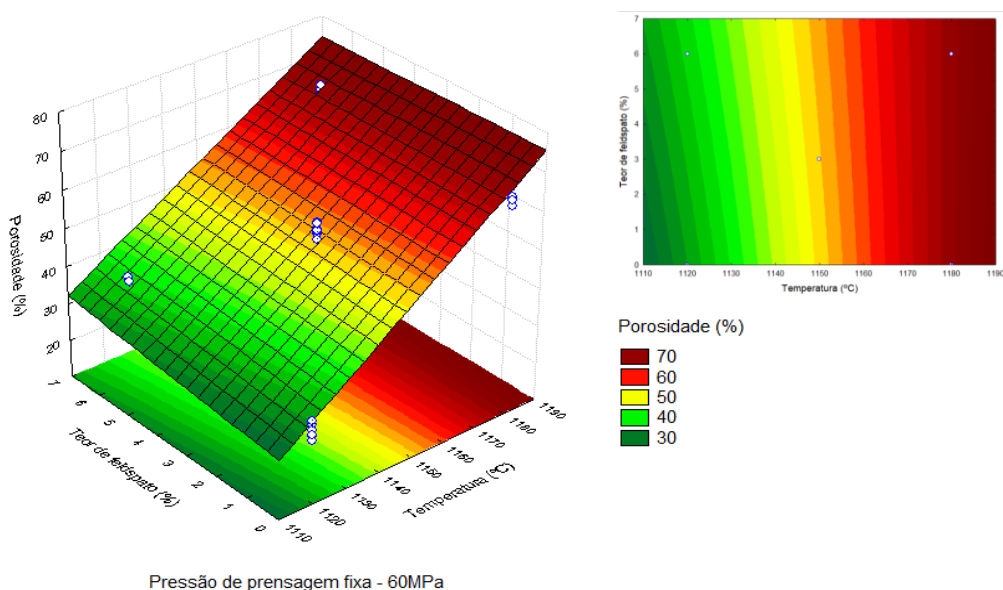
Figura 17: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 50MPa.



Pressão de prensagem fixa - 50MPa

Fonte: Autora (2020).

Figura 18: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 60MPa.

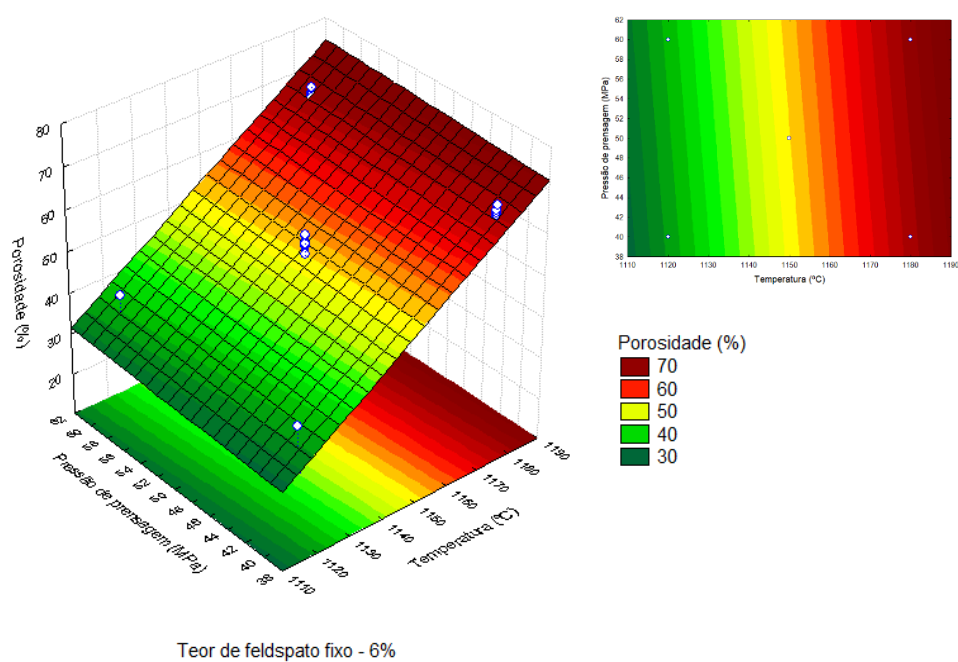


Fonte: Autora (2020).

Analisando essas Figuras, observa-se que as regiões que contém valores máximos de porosidade (variando de 60% a 70%) estão situadas em temperaturas acima de 1165°C, aproximadamente, com máximo à temperatura de 1180°C. Como já observado na análise dos efeitos, o efeito do teor de feldspato não é tão expressivo quanto o efeito da temperatura. O aumento no teor de feldspato proporciona um leve aumento da porosidade para temperaturas até aproximadamente 1170°C, a partir dessa temperatura o teor de feldspato praticamente não apresenta efeito na porosidade dos corpos cerâmicos.

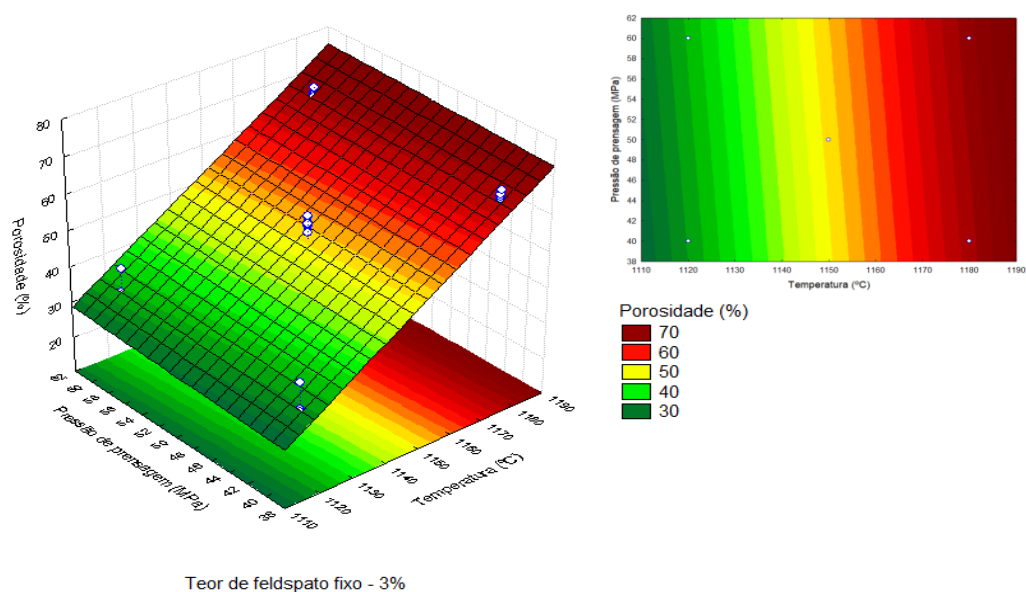
As Figuras 19, 20 e 21 apresentam as superfícies de respostas e as curvas de contorno correspondente ao modelo ajustado para porosidade, em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 0, 3 e 6%, respectivamente.

Figura 19: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 0%.



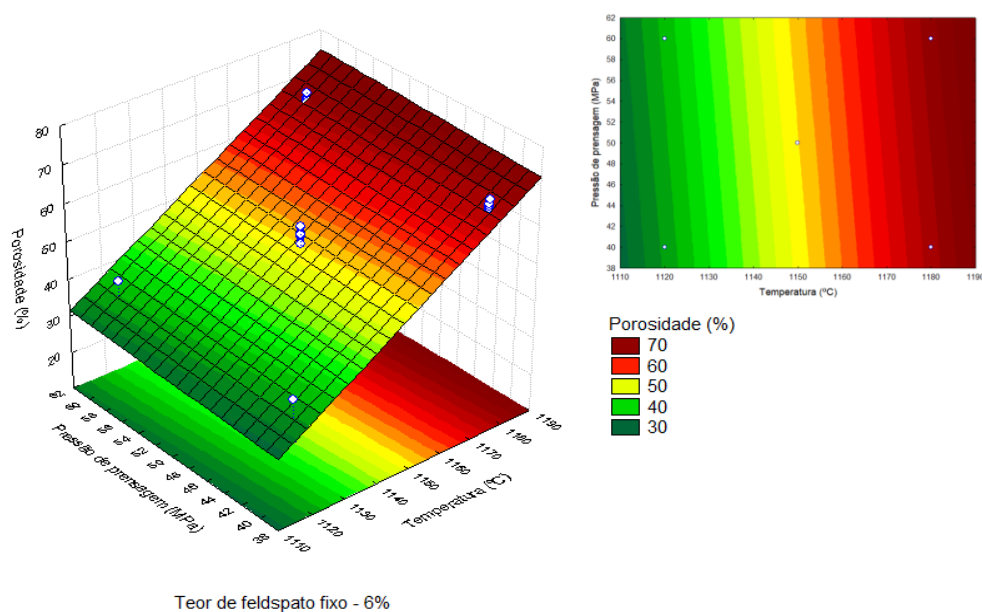
Fonte: Autora (2020).

Figura 20: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 3%.



Fonte: Autora (2020).

Figura 21: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta porosidade em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 6%.



Fonte: Autora (2020).

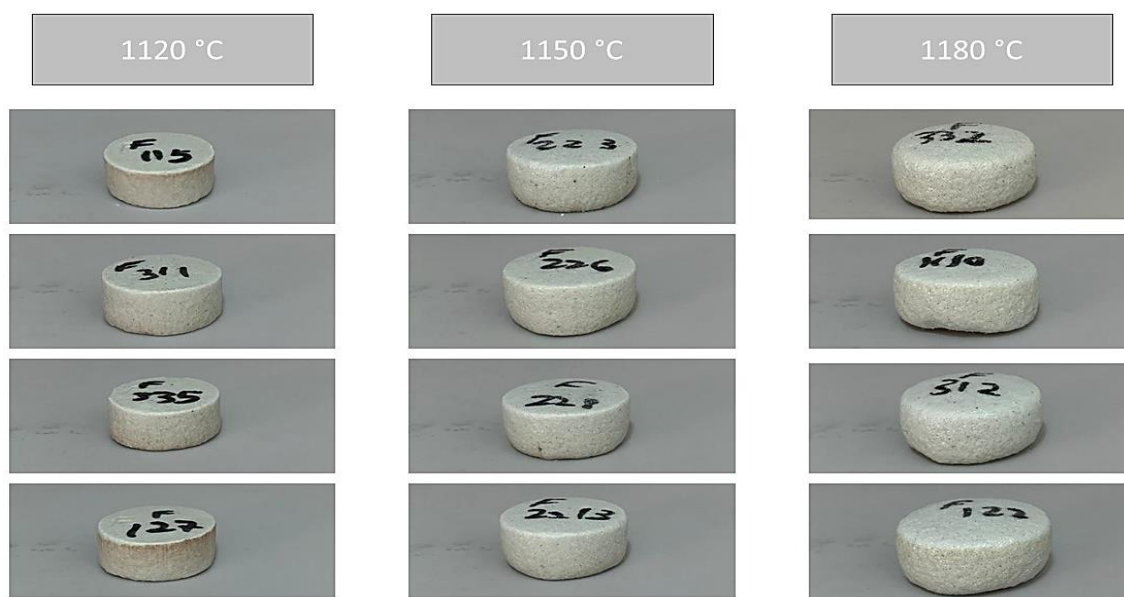
Analisando essas Figuras, observa-se que as regiões que contém valores máximos de porosidade (variando de 60% a 70%) estão situadas em temperaturas acima de 1165°C, aproximadamente, com máximo à temperatura de 1180°C. Como já observado na análise dos efeitos, o efeito da pressão de prensagem não é tão expressivo quanto o efeito da temperatura. Em geral, o aumento na pressão de prensagem proporciona um leve aumento da porosidade considerando a mesma temperatura de queima, provavelmente esse efeito está relacionado com a maior compacidade adquirida com o aumento da pressão de conformação, isso terá influência durante a queima com o borbulhamento da fase vítrea e a maior dificuldade de saída dos gases gerados pela maior compacidade adquirida pelos corpos cerâmicos prensados a 50 e 60 MPa.

5.2.3 Análise da Expansão Volumétrica

A Figura 22, apresenta os corpos cerâmicos após a queima, permitindo a observação visual e qualitativa da expansão volumétrica dos corpos cerâmicos. Para as temperaturas de queima estudadas, a temperatura de 1180°C foi a que proporcionou uma

maior expansão volumétrica para os corpos cerâmicos em todas as condições estabelecidas no planejamento de experimentos.

Figura 22: Corpos cerâmicos pós queima nas respectivas temperaturas.



Fonte: Autora (2020).

A Tabela 14 apresenta a matriz completa de planejamento experimental para análise da expansão volumétrica dos corpos cerâmicos. São apresentados os resultados dos experimentos, com repetição, para as diversas condições estabelecidas.

Tabela 14: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para expansão volumétrica dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida, calculados de acordo com a Equação 4.

Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de feldspato (%)	Pressão de prensagem (MPa)	Expansão Volumétrica (%)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)	36,47; 39,09; 34,30
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)	181,90; 199,94; -
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)	39,75; 40,80; 56,51
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)	176,46; 183,49; 188,02
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)	42,23; 44,53; 37,31

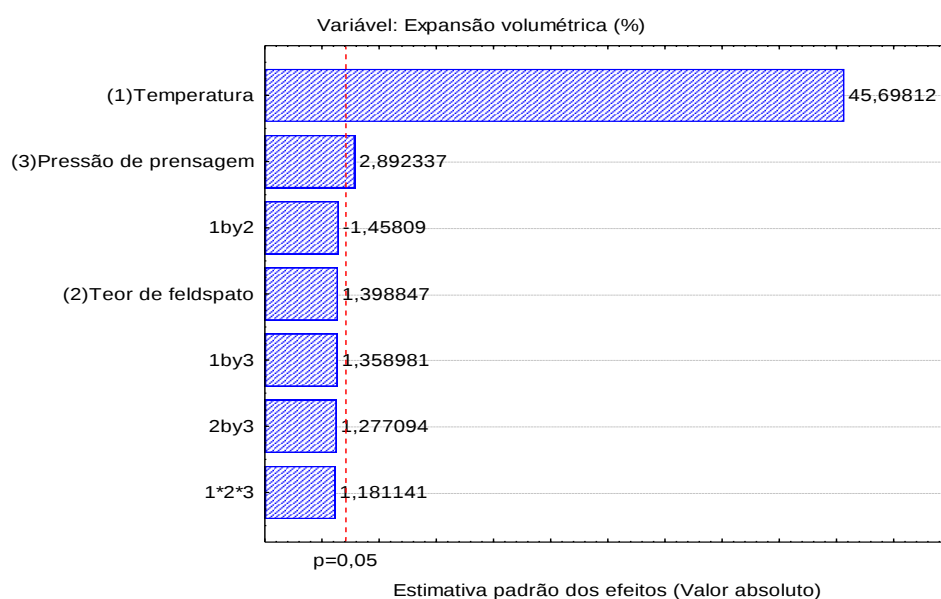
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)	200,48; 197,84; 192,07
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)	41,96; 60,14; -
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)	203,25; 194,50; 216,28
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	113,73; 118,93; 118,55
10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	125,69; 116,01; 106,30
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	127,00; 115,00; 126,47

Fonte: Autora (2020).

Foi realizada uma estimativa dos efeitos das variáveis pelo diagrama de Pareto. O gráfico de Pareto mostra os valores absolutos dos efeitos padronizados desde o maior efeito até o menor efeito.

A Figura 23 apresenta o Diagrama de Pareto para o planejamento fatorial 2^3 tendo como variáveis independentes (1) temperatura, (2) teor de feldspato e (3) pressão de prensagem, e como variável resposta a expansão volumétrica. O ponto acima do qual os efeitos estimados são estatisticamente significativos ($p = 0,05$) está indicado pela linha vertical vermelha tracejada.

Figura 23: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da expansão volumétrica



Fonte: Autora (2020).

Analisando o diagrama observa-se que as variáveis significativas para a expansão volumétrica foram temperatura e pressão de prensagem que cruzam a linha de referência. Esses fatores são estatisticamente significativos, ao nível de significância $\alpha = 0,05$ e nível de 95% de confiança. A variação no teor de feldspato, nos limites estudados, e a interação entre os fatores não apresentou significância para a expansão volumétrica dos corpos cerâmicos.

Considerando a análise desse diagrama (Figura 23), a Tabela 15 apresenta os efeitos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

Tabela 15: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 10 e seus erros-padrão (em %)

Média	118,54 $\pm$ 1,36
Efeitos Principais:	
1- Temperatura	150,16 $\pm$ 3,25
2- Pressão de prensagem	9,43 $\pm$ 3,25

Fonte: Autora (2020).

Analisando os efeitos principais da Tabela 15 pode-se concluir que quando a temperatura é aumentada de 1120°C para 1180°C, ocorre um aumento médio de cerca de 150,16% na expansão volumétrica dos corpos cerâmicos. Quando a pressão de prensagem é aumentada de 40MPa para 60MPa, ocorre um aumento médio de cerca de 9,43% na expansão volumétrica dos corpos cerâmicos. Logo, o maior efeito apresentado na expansão volumétrica é da variação da temperatura, na faixa experimental investigada. Isso é explicado pela dissolução do carbeta de silício e o borbulhamento da fase vítrea com o aumento da temperatura, e pelo maior aprisionamento dos gases durante esse borbulhamento com o aumento da compactidade devido às maiores pressões de conformação.

Considerando esses efeitos, foram calculados os coeficientes de regressão da Equação 8, que descreve a expansão volumétrica prevista pelo modelo linear, em função das variáveis decodificadas, no modelo reparametrizado que contém apenas os termos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

$$EV (\%) = -2783,00^{*(\pm 62,05)} + 2,50T^{*(\pm 0,05)} + 0,47P^{*(\pm 0,16)}$$

Equação 8

EV=expansão volumétrica;

T=temperatura;

P=pressão de prensagem

*Estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

A Tabela 16 apresenta o resultado do Teste F, para regressão e para falta de ajuste, e R^2 (% de variação explicada) obtido da ANOVA para a resposta expansão volumétrica.

Tabela 16: Teste F obtido da ANOVA para a resposta expansão volumétrica

Fonte de variação	F _{calculado}	F _{tabelado}	F _{calculado} /F _{tabelado}
Regressão	961,16	$F_{2;28; 0,05} = 3,34$	287,77
Falta de ajuste	1,64	$F_{6;22; 0,05} = 2,55$	0,64

% de variação explicada (R^2) = 98,56%

Fonte: Autora (2020).

A significância estatística da regressão pode ser verificada por meio da aplicação do Teste F, que consiste na comparação entre os valores de $F_{\text{calculado}}$ para regressão, que corresponde ao ponto da distribuição F com o número apropriado de graus de liberdade, no nível de confiança escolhido. Se $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$ para regressão, deve-se acreditar na existência de uma relação significativa entre os fatores sob estudo e as variáveis resposta (BARROS NETO *et al.*, 2001). Esta condição é amplamente satisfeita para o modelo proposto.

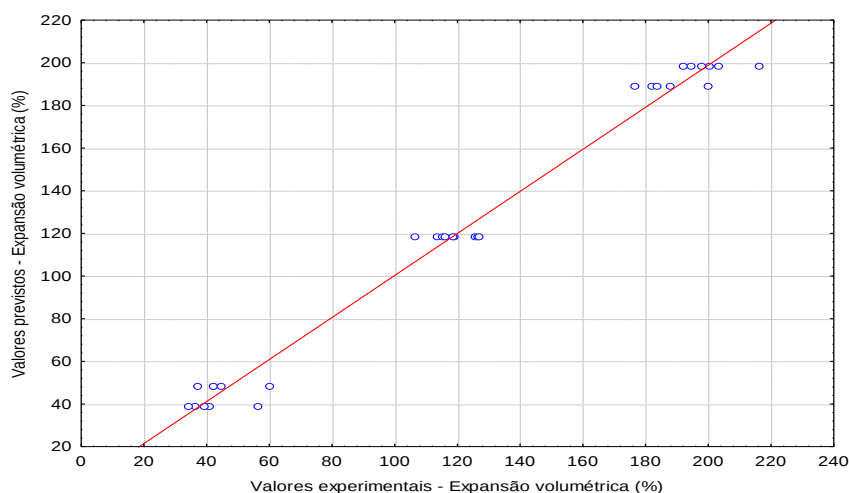
Para que uma regressão não seja apenas estatisticamente significativa, mas também útil para fins de previsão, o valor de $F_{\text{calculado}}$ para regressão deve ser, pelo menos, cerca de dez vezes o valor de F_{tabelado} para regressão (BARROS NETO *et al.*, 2001). Portanto, é possível dizer que o modelo proposto é preditivo, uma vez que $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}} > 10$.

O elevado valor de R^2 indica que o modelo ajustado não apresenta variabilidade considerável. Quanto mais perto de 1 estiver o valor de R^2 , melhor terá sido o ajuste do modelo às respostas observadas (BARROS NETO *et al.*, 2001).

Como os experimentos foram feitos em replicatas, avaliou-se a adequação do modelo fazendo teste para falta de ajuste. A falta de ajuste pode ser avaliada por meio do Teste F, fazendo a comparação entre os valores de $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$ para falta de ajuste. Se $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$ para falta de ajuste for menor do que 1, deve-se considerar que o modelo não apresenta falta de ajuste (BARROS NETO *et al.*, 2001). Esta condição é satisfeita para o modelo apresentado.

A Figura 24 apresenta os resultados experimentais versus os resultados previstos pelo modelo ajustado, mostrando uma boa concordância entre eles.

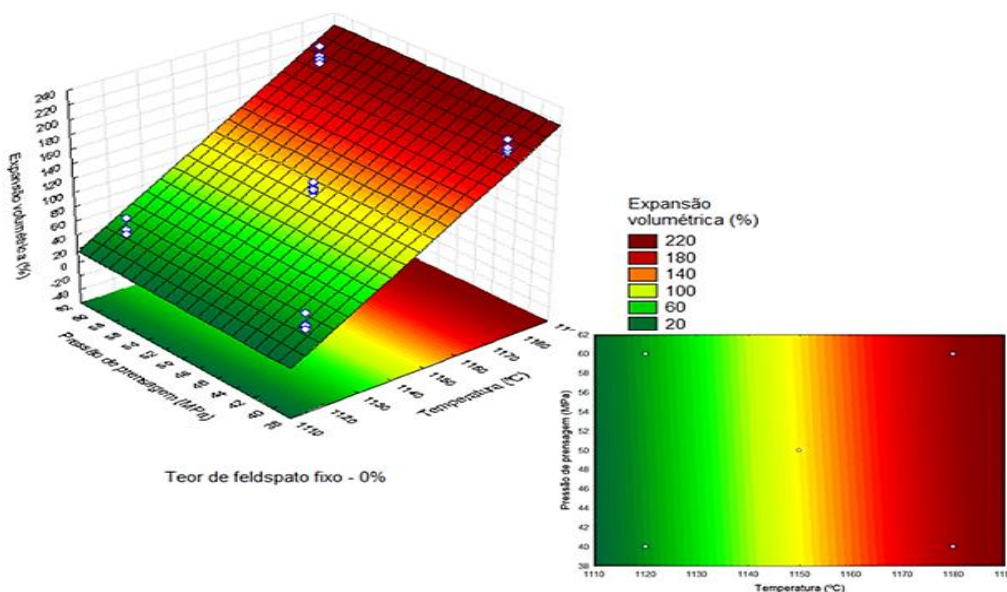
Figura 24: Valores experimentais da expansão volumétrica (%) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado.



Fonte: Autora (2020).

A Figura 25 apresenta a superfície de resposta e as curvas de contorno correspondente ao modelo ajustado para expansão volumétrica, em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando o teor de feldspato em 0%. Como o efeito do teor de feldspato não foi significativo para essa resposta, fixou-se o menor teor estudado.

Figura 25: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta expansão volumétrica (%) em função da temperatura e pressão de prensagem, fixando teor de feldspato em 0%.



Fonte: Autora (2020).

Analisando a superfície e curvas de contorno, observa-se que as regiões que contém valores máximos de expansão volumétrica (variando de 180% a 220%) estão situadas em temperaturas acima de 1165°C, aproximadamente, com máximo à temperatura de 1180°C. Como já observado na análise dos efeitos, o efeito da pressão de prensagem não é relativamente expressivo.

5.2.4 Perda de Massa ao Fogo

A Tabela 17 apresenta a matriz completa de planejamento experimental para análise de perda de massa ao fogo dos corpos cerâmicos. São apresentados os resultados dos experimentos, com repetição, para as diversas condições estabelecidas, calculados de acordo com a Equação 5.

Tabela 17: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para perda de massa ao fogo dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida.

Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de feldspato (%)	Pressão de prensagem (MPa)	Perda de massa ao fogo (%)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)	1,79; 1,92; 1,81
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)	1,31; 1,62
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)	1,76; 1,63; 2,13
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)	1,40; 2,05; 2,05
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)	1,94; 1,85; 1,77
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)	1,40; 1,97; 1,84
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)	2,26; 1,87
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)	1,95; 1,69; 1,92
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	1,69; 1,64; 2,02
10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	2,12; 1,53; 2,58
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	1,66; 2,32; 1,88

Fonte: Autora (2020).

A perda de massa observada variou entre 1,41% (Experimentos 4 e 6) e 2,31% (Experimento 11). Observa-se que os resultados não apresentam reprodutibilidade, tornando a análise da interferência dos fatores estudados inconclusiva para essa propriedade. Esse fato pode ser explicado pela elevada variação na composição química e mineralógica do RPP que provavelmente interfere na variação dos valores de perda de massa.

5.2.5 Análise da Resistência à Tração por Compressão Diametral

A Tabela 18 apresenta a matriz completa de planejamento experimental para análise da resistência à tração por compressão diametral dos corpos cerâmicos. São apresentados os resultados dos experimentos, com repetição, para as diversas condições estabelecidas.

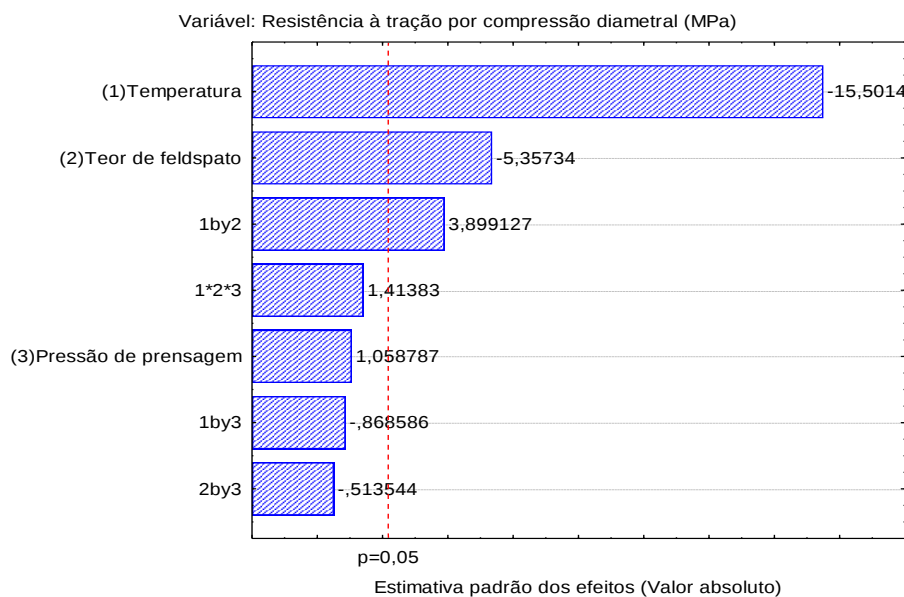
Tabela 18: Matriz de planejamento experimental com as respostas obtidas para resistência à tração por compressão diametral dos corpos cerâmicos em cada condição estabelecida, calculados de acordo com a Equação 6.

Experimentos	Temperatura (°C)	Teor de feldspato (%)	Pressão de prensagem (MPa)	Resistência à tração por compressão diametral (Mpa)
1	1120 (-1)	0 (-1)	40 (-1)	6,51; 5,67
2	1180 (+1)	0 (-1)	40 (-1)	2,74; 2,69
3	1120 (-1)	6 (+1)	40 (-1)	4,44; 4,85
4	1180 (+1)	6 (+1)	40 (-1)	2,08; 2,42
5	1120 (-1)	0 (-1)	60 (+1)	7,41; 6,29
6	1180 (+1)	0 (-1)	60 (+1)	2,56; 2,59
7	1120 (-1)	6 (+1)	60 (+1)	5,13; 4,16
8	1180 (+1)	6 (+1)	60 (+1)	2,39; 2,54
9	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	2,79; 3,35
10	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	3,34; 3,02
11	1150 (0)	3 (0)	50 (0)	3,35

Fonte: Autora (2020).

A Figura 26 apresenta o diagrama de Pareto para o planejamento fatorial 2^3 tendo como variáveis independentes (1) temperatura, (2) teor de feldspato e (3) pressão de prensagem, e como variável resposta a resistência à tração por compressão diametral. O ponto acima do qual os efeitos estimados são estatisticamente significativos ($p = 0,05$) está indicado pela linha vertical vermelha tracejada.

Figura 26: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos fatores na resposta da resistência à tração por compressão diametral



Fonte: Autora (2020).

Analisando o diagrama observa-se que as variáveis significativas (que cruzam a linha de referência) para a resistência à tração por compressão diametral foram temperatura, teor de feldspato e a interação entre eles. Esses fatores são estatisticamente significativos, ao nível de significância $\alpha = 0,05$ e nível de 95% de confiança. A variação na pressão de prensagem, nos limites estudados, e a interação entre os outros fatores não apresentaram significância para resistência à tração por compressão diametral dos corpos cerâmicos.

Considerando a análise desse diagrama (Figura 27), a Tabela 19 apresenta os efeitos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

Tabela 19: Efeitos, estatisticamente significativos, calculados para o planejamento fatorial 2^3 da Tabela 18 e seus erros-padrão (em MPa)

Média	$3,82 \pm 0,09$
Efeitos principais:	
1- Temperatura	$-3,06 \pm 0,20$
2- Teor de feldspato	$-1,06 \pm 0,20$

Interação de dois fatores:	
12	0,77 ± 0,20

Fonte: Autora (2020).

Analizando os efeitos principais da Tabela 19 na resistência à tração por compressão diametral dos corpos cerâmicos pode-se concluir que quando a temperatura é aumentada de 1120°C para 1180°C, ocorre uma redução média na resistência de cerca de 3,06MPa. Quando o teor de feldspato é aumentado de 0% para 6%, ocorre uma redução média na resistência de cerca de 1,06MPa. O maior efeito apresentado na resistência mecânica é da variação da temperatura. Esse comportamento já era esperado visto que o aumento de temperatura e teor de feldspato, na faixa experimental investigada, promovem aumento de porosidade e consequentemente redução de resistência mecânica.

Considerando esses efeitos, foram calculados os coeficientes de regressão da Equação 9, que descreve a resistência à tração por compressão diametral prevista pelo modelo linear, em função das variáveis descodificadas, no modelo reparametrizado que contém apenas os termos estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

$$RT \text{ (MPa)} = 77,665^{*}_{(\pm 5,346)} - 0,064 T^{*}_{(\pm 0,005)} - 5,088 F^{*}_{(\pm 1,260)} + 0,004 TF^{*}_{(\pm 0,001)} \quad \textbf{Equação 9}$$

RT= resistência à tração por compressão diametral;

T= temperatura;

F = teor de feldspato.

*Estatisticamente significativos ao nível de 95% de confiança.

A Tabela 20 apresenta o resultado do Teste F, para regressão e para falta de ajuste, e R^2 (% de variação explicada) obtido da ANOVA para a resposta expansão volumétrica.

Tabela 20: Teste F obtido da ANOVA para a resposta resistência à tração por compressão diametral

Fonte de variação	F _{calculado}	F _{tabelado}	F _{calculado} /F _{tabelado}
Regressão	47,04	$F_{3;17; 0,05} = 3,20$	14,70
Falta de ajuste	4,44	$F_{5;12; 0,05} = 3,11$	1,43

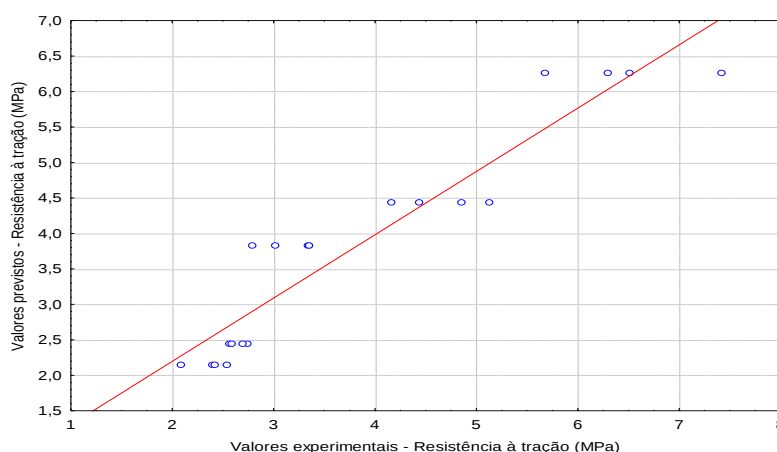
% de variação explicada (R^2) = 89,25%

Fonte: Arquivos da autora (2020).

Analizando o teste F obtido da ANOVA para a resposta resistência à tração por compressão diametral observa-se que $F_{\text{calculado}} > F_{\text{tabelado}}$ para regressão é maior do que 10, portanto é possível afirmar que o modelo além de ser significativo é também útil para fins de previsão, quer dizer, preditivo. Observa-se que o modelo apresenta uma pequena falta de ajuste, no entanto, o elevado valor de R^2 indica que o modelo ajustado não apresenta variabilidade considerável.

A Figura 27 apresenta os resultados experimentais versus os resultados previstos pelo modelo ajustado, mostrando uma boa concordância entre eles.

Figura 27: Valores experimentais da resistência à tração por compressão diametral (MPa) em função dos valores previstos pelo modelo ajustado.

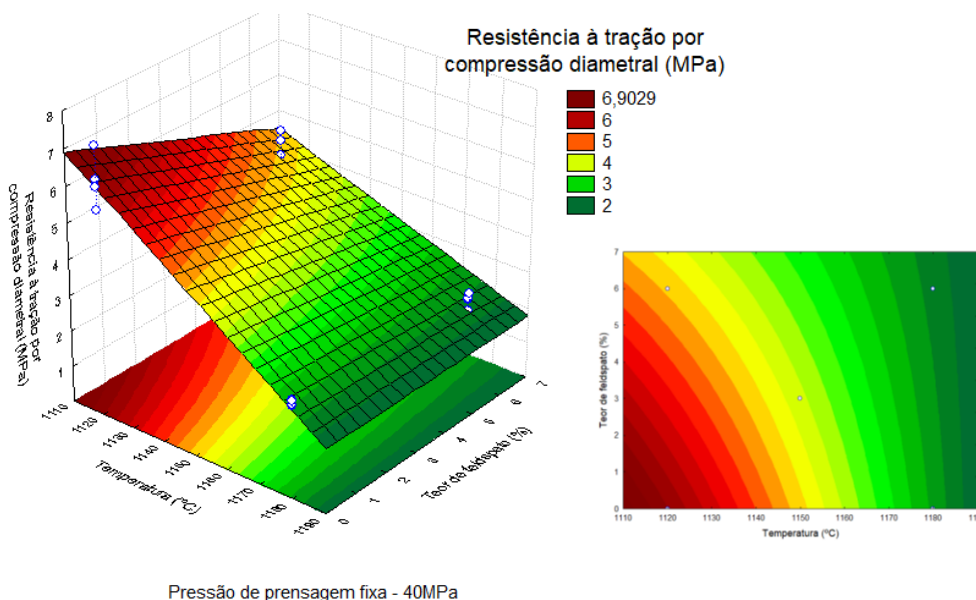


Fonte: Autora (2020).

A Figura 28 apresenta a superfície de resposta e as curvas de contorno correspondente ao modelo ajustado para resistência à tração por compressão diametral, em função da temperatura e teor de feldspato, fixando a pressão de prensagem em 40MPa.

Como o efeito da pressão de prensagem não foi significativo para essa resposta, fixou-se o menor teor estudado.

Figura 28: Superfície de resposta e curvas de contorno para a resposta resistência à tração por compressão diametral (MPa) em função da temperatura e teor de feldspato, fixando pressão de prensagem em 40MPa.



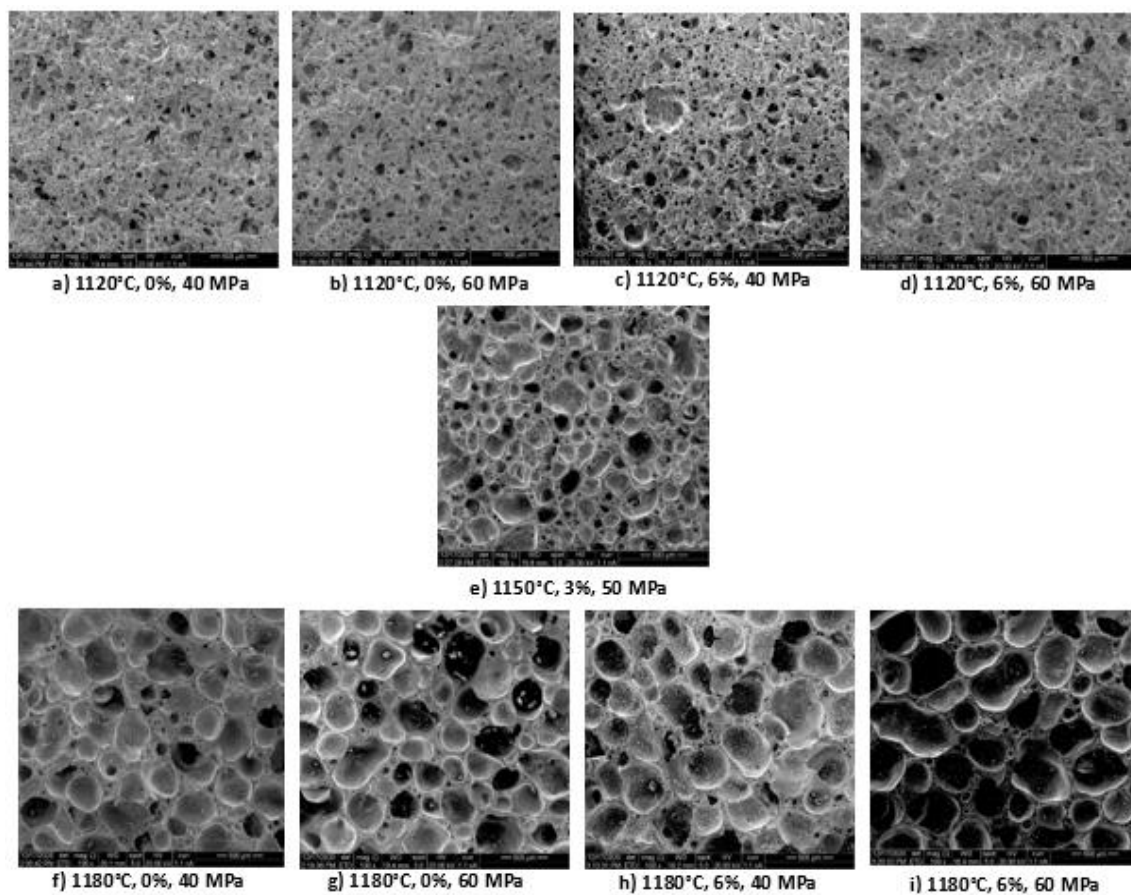
Fonte: Autora (2020).

A região contém valores máximos de resistência à tração por compressão diametral (variando de 5 a 6 MPa) situados em temperaturas abaixo de 1140°C, aproximadamente. Para temperaturas mais elevadas a resistência mecânica dos corpos cerâmicos sofre redução, esse fato é explicado diante dos resultados obtidos para expansão volumétrica e porosidade dos corpos cerâmicos, que foram maiores para temperaturas mais elevadas e consequentemente o maior número de poros e expansão volumétrica afetam negativamente a resistência mecânica dos corpos cerâmicos. O aumento do teor de feldspato tende a reduzir levemente os valores de resistência mecânica, sendo esse efeito mais expressivo para temperaturas mais baixas, nas regiões próximas à temperatura de 1120°C.

5.3 Análise Morfológica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

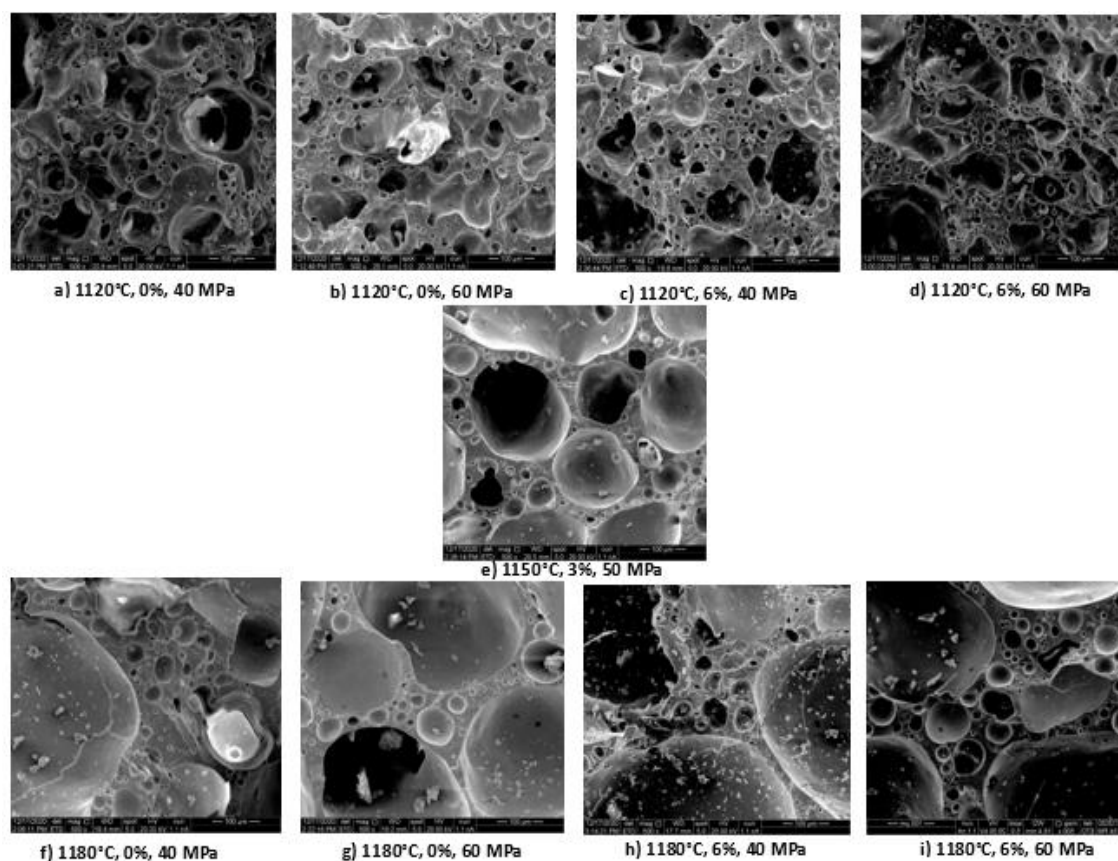
As Figuras 29, 30 e 31, evidenciam a morfologia da estrutura interna dos corpos cerâmico, após as queimas, obtidas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), de cada uma das 9 condições de composição e processamento, evidenciando a formação de porosidade em cada condição, comparativamente

Figura 29: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 100x.



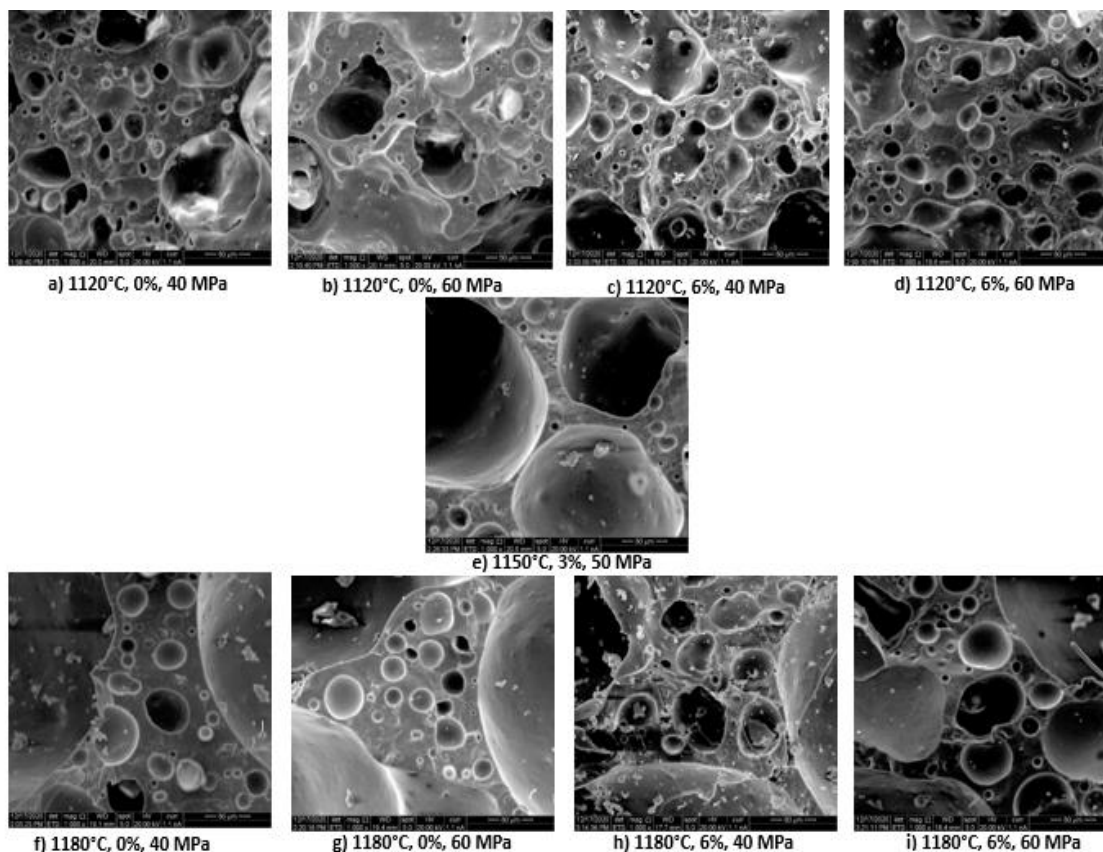
Fonte: Autora (2021).

Figura 30: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 500x



Fonte: Autora (2021).

Figura 31: Microscopia Eletrônica de Varredura dos corpos cerâmicos das 9 condições separados pelas temperaturas de queima, onde: a) corpo cerâmico da condição 1; b) corpo cerâmico da condição 3; c) corpo cerâmico da condição 6; d) corpo cerâmico da condição 7; e) corpo cerâmico da condição 5; f) corpo cerâmico da condição 2; g) corpo cerâmico da condição 4; h) corpo cerâmico da condição 8; i) corpo cerâmico da condição 9. Todas as imagens estão em uma ampliação de 1000x



Fonte: Autora (2021)

Observou-se que nos corpos cerâmicos submetidos a 1120 °C (condições 1,3,6 e 7) já houve expansão do corpo de prova, e a consequente formação de poros, de pequenos tamanhos, quando em comparação com os corpos de prova queimados a 1150 e 1180°C.

Nas condições 2,4,7 e 8, verifica-se uma maior quantidade de poros, com tamanhos superiores as demais condições, queimadas a temperaturas inferiores, isso se dá, devido ao maior borbulhamento da fase líquida liberando mais gases, e devido à dissolução do carboxeto de silício, em fase líquida, formando sílica e dióxido de carbono,

se dando assim a formação de maior número de poros, e de maiores diâmetros. Essa dissolução começa a partir de 1100°C, e aumenta conforme o aumento da temperatura.

Observou-se, também, que nas condições 1,3,6 e 7 o tamanho dos poros são compatíveis. Ou seja, apesar da variável de composição nessas condições ser diferente, não há modificação considerável para a formação de poros, sendo a variável da temperatura sobressaliente para essa finalidade. A mesma coisa se observa nas condições 2,4,8 e 9, onde os corpos cerâmicos foram queimados a 1180°C, havendo a maior formação de poros (em tamanho e quantidade), dentre as temperaturas empregadas, mesmo variando a composição entre elas. Devido a isso, concluiu-se, que o teor de feldspato empregado no RPP, não agiu como fundente, sendo, então, a composição mais vantajosa para a formação de poros, o RPP puro.

Observou-se, ainda, na condição 5, a formação de poros é intermediária entre as temperaturas de 1120 e 1180 °C, sendo mais um indicativo de que essa formação é diretamente proporcional a temperatura de queima, a partir de 1100°C, portanto, com o aumento da temperatura, principalmente, há a formação de um material cada vez mais leve e poroso.

6. CONCLUSÕES

Após avaliar variáveis de processamento nas propriedades tecnológicas de corpos cerâmicos porosos a base de RPP, partindo de um planejamento experimental fatorial 2^3 com repetições no ponto central, variando teor de feldspato adicionado ao RPP (0, 3 e 6%), diferentes pressões de conformação (40, 50 e 60 MPa) e temperaturas de queima (1120, 1150 e 1180°C), pode-se chegar às conclusões apresentadas abaixo.

Os resultados de caracterização indicaram que as matérias-primas apresentam características semelhantes às apresentadas em outros estudos científicos, com destaque para o RPP que apresenta uma composição química e mineralógica variada, visto que, é geralmente composto pela formulação do porcelanato e materiais abrasivos procedentes da polidora. Nesse resíduo, foi detectada a presença do carбето de silício (SiC) que, em condições específicas de temperatura e composição, apresenta reações térmicas promovendo a formação de quantidade elevada de poros no interior das peças cerâmicas.

O fator de maior influência, em todas as propriedades estudadas, foi a temperatura de queima, que quando aumentada de 1120°C para 1180°C, promoveu um aumento médio de cerca de 150,16% na expansão volumétrica, um aumento médio de cerca de 34,94% na porosidade e uma redução média de cerca de 3,06MPa na resistência mecânica dos corpos cerâmicos.

As análises das superfícies de respostas mostram que as regiões que contém valores máximos de expansão volumétrica (variando de 180% a 220%) e porosidade (variando de 60% a 70%) estão situadas em temperaturas variando de 1165°C a 1180°C. As regiões de valores máximos de resistência à tração por compressão diametral (variando de 5 a 6MPa) estão situadas em temperaturas abaixo de 1140°C, aproximadamente.

A análise de MEV confirma a elevada porosidade apresentada pelos corpos cerâmicos, que quando submetidos a temperaturas maiores que 1100°C, apresentam maior número de poros justificado pela dissociação do carбето de silício.

Em geral, o estudo apresenta uma gama de informações que são de suma importância para o aproveitamento de RPP na produção de corpos cerâmicos altamente porosos. As análises realizadas permitem uma visão mais precisa e eficiente das variáveis de processamento de modo a obter corpos cerâmicos com propriedades requeridas para usos pré-determinados.

REFERÊNCIAS

ABADIR, M. F.; SALLAM, E. H.; BAKR, I. N. Preparation of porcelain tiles from Egyptian raw materials. **Ceramics International**, v. 28, n. 3, p.303-310, Jan. 2002.

ABCERAM. **Informações técnicas: processos de fabricação**, São Paulo 2020.

ANDREOLA, F.; BARBIERI, L.; LANCELLOTTI, I.; LEONELLI, C.; MANFREDINI, T. Recycling of industrial wastes in ceramic manufacturing: State of art and glass case studies. **Ceramics International**. v. 42, n. 12, p. 13333-13338. 2016.

ANDREOLA, L. F.; BARBIERI, L.; BIGNOZZI, M. C.; SANDROLINI, F. Novo Cimento Combinado de Lodo de Polimento e Vitrificação Cerâmica. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 7, p. 546 – 555, 2010.

ANFACER, **Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimento** - 2020.

ANICER, **Associação Nacional da Indústria Cerâmica** - 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS ABNT NBR ISO 10545-1:2017: **Placas Cerâmicas Parte 1: Amostragem e critérios para aceitação**, Rio de Janeiro, p.8, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 13.816: **Placas cerâmicas para revestimento – Terminologia**. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 13.818: **Placas cerâmicas para revestimento – Especificação e método e ensaio**. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13818: **Placas Cerâmicas para Revestimento - Especificação e Métodos de Ensaio. Anexo B: Determinação da Absorção de Água**, Rio de Janeiro, p. 78, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7222: **Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**, Rio de Janeiro, p. 5, 2011

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISSO 13006:2020, **Placas cerâmicas - Definições, classificação, características e marcação**, Rio de Janeiro, p. 59, 2020.

BARBIERI, L.; BONAMARTINI, A. C.; LANCELLOTTI, I. Alkaline and alkaline-earth silicate glasses and glass-ceramics from municipal and industrial wastes. **Journal Of The European Ceramic Society**, v. 20, n. 14-15, p. 2477-2483, 2000.

BARRACHINA, E.; ESQUINAS, M.; LLOP, J.; NOTARI, M.D.; CARDA, J.B. Development of a glass-ceramic glaze formulated from industrial residues to improve the mechanical properties of the porcelain stoneware tiles. **Materials Letters**, v. 220, p. 226-228, jun. 2018.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos – Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Editora da Unicamp, 2001.

BECHER, S.B. **Desenvolvimento de argamassa para restauração utilizando resíduo do polimento do porcelanato**. 2013. 182 f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal. 2013.

BERNARDIN, A M.; SILVA, M. J.; FELISBERTO, D. S.; RIELLA, H. G., Characterization of cellular ceramics made by porcelain tile residues. **Materials Science and Engineering A**, n.437, pp 222 – 225, 21 jul. 2006. (2006a).

BERNARDIN, A M.; FELISBERTO, D. S.; DAROS, M. T.; RIELLA, H. G., Reaproveitamento de resíduos de polimento e de esmaltação para obtenção de cerâmica celular, **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 5/6, p. 31-34, (2006b).

BETIOLI, A. M.; FORTUNATO, M.; MARTINS, B. R.; CASALI, J. M.; ROCHA, J. C.; COLLODETTI, G. Efeito da composição granulométrica e da área superficial específica de resíduos de polimento de porcelanato em argamassas autoadensáveis. **Ambiente Construído**, v. 20, n. 3, p. 385-402, jul. 2020.

BIFFI, G. O.; **Grês Porcelanato**, 3ª ed., São Paulo: Faenza Editrice do Brasil, 2002.

BIGNOZZI, M. C.; BONDUÁ, E. Alternative blended cement with ceramic residues: corrosion resistance investigation on reinforced mortar. **Cement and Concrete Research**, n. 41.p.947 - 954, 2011.

BOCCACCINI, A. R.; BÜCKER, M.; BOSSERT, J; MARSZALEK, K. Glass matrix composites from coal flyash and waste glass. **Waste Management**,, v. 17, n. 1, p. 39-45, jan. 1997.

BREITENBACH, S. B.; SANTOS, O. C.; ANDRADE, J. C. S.; NASCIMENTO, R. M.; MARTINELLI, A. E. Adição de resíduo do polimento de porcelanato em argamassas de restauro à base de cal. **Cerâmica**, v. 63, n. 367, p. 395-401, set. 2017.

BUSTAMANTE, G. M; BRESSIANI, J C. A indústria cerâmica brasileira. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, p.31-36, 2000.

CABRAL JUNIOR, M.; AZEVEDO, P. B. M.; CUCHIERATO, G.; MOTTA, J. F. M. Estudo Estratégico da Cadeia Produtiva da Indústria Cerâmica no Estado de São Paulo: parte II indústria de revestimentos. **Cerâmica Industrial**, v. 24, n. 2, p. 13-21, 2019.

CARANI, G.; TENAGLIA, A.; TIMELLINI, G. Slip Resistance of Ceramic Floor Tile: design criteria for antislip tile. **Materials & Equipment/whitewares**, v.13, p. 1-13, 2008.

CASAGRANDE, M. C.; SARTOR, M. N.; GOMES, V.; DELLA, V. P.; DACHAMIR H.; OLIVEIRA, A. P. N. Reaproveitamento de Resíduos Sólidos Industriais: Processamento e Aplicações no Setor Cerâmico. **Cerâmica Industrial: Cerâmica Industrial**, Florianópolis, v. 13, n. 1, p.34-42, 2008.

CHEN, B., LUO, Z.; LU, A. Preparation of sintered foam glass with high fly ash content. **Materials Letters**, v. 65, p. 3555-3558, 2011.

CHEN, B., WANG, K., CHEN, X.; LU, A. Study of foam glass with high content of fly ash using calcium carbonate as foaming agent. **Materials Letters**, v. 79, p. 263-265, 2012.

CONSTANTINO, A. O.; ROSA, S. E. S.; CORRÊA, A. R.; **Panoramas Do Setor De Revestimento Cerâmico**, 2006, disponível em

<http://www.bndes.gov.br/siteBNDES/exports/sites/default/bndes_pt/Galerias/Arquivos/conhecimento/relato/rs_rev_ceramicos.pdf>

DAS, S. K.; KUMAR, S.; RAMACHANDRARAO, P. Exploitation of iron ore tailing for the development of ceramic tiles. **Waste Management**. V. 20 (8), p. 725-729. 2000.

Decreto-lei nº 2.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências, edição federal, Brasília, 2010

DENG, Y.; GONG, B.; CHAO, Y.; DONG, T.; YANG, W.; HONG, M.; SHI, X.; WANG, G.; JIN, Y.; CHEN, Z.-G. Sustainable utilization of municipal solid waste incineration fly ash for ceramic bricks with eco-friendly biosafety. **Materials Today Sustainability**. V. 1-2, p. 32-38. 2018.

DOMÍNGUEZ, E. A.; ULIMANN, R. “Ecological bricks” made with clay and steel dust pollutants. **Applied Clay Science**. Amsterdam, v. 11, n.2-4, p. 237-249, 1996.

DONDI, M.; FABBRI, B.; MARSIGLI, M. Resenha das experiências de reciclagem de resíduos industriais e urbanos na produção de tijolos. **Cerâmica Informação**. Faenza, v.1, p. 17-30, 1998.

ESPOSITO, L.; TUCCI, A. Pulimentación de baldosas de gres porcelánico: aspectos superficiales. **Técnica cerâmica**, v. 2000, n. 288, p. 1268-1275, 2000.

ESPOSITO, L.; TUCCI, A.; MALMUSI, L.; PICCININI, A. Stain resistance of porcelain stoneware tile mechanisms of penetration of staining agents and quantitative evaluation. **Materiais chaves de engenharia**, v.81, n. 10, p. 38-42, 2002.

GORINI, A. P. F.; CORREA, A. R. **Cerâmica para revestimentos**. BNDES Setorial, Rio de Janeiro, n. 10, p. 201-251, 1999. Disponível em: <http://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/9535>.

GUALTIERI, A.F; A TARTAGLIA. Thermal decomposition of asbestos and recycling in traditional ceramics. **Journal Of The European Ceramic Society**, v. 20, n. 9, p. 1409-1418, ago. 2000

HASHEMINIA, S.; NEMATİ, A.; YEKTA, E.; ALIZADEH, P. Preparation and characterization of diopside-based glass–ceramic foams. **Ceramics International**, v. 38, p. 2005–2010, 2012.

HENDRIKS, C. F.; NIJKERK, A.A. **The building cycle**. Holanda: Best, Holanda: Aeneas, p.233, 2000.

HOFFMANN, F. S.; SANTOS, G.; MORELLI, M. R. Estudo de fundente e argilito com potencial para uso em formulações de porcelanato. **Cerâmica**, v. 58, n. 346, p. 174-185, 2012.

HUTCHINGS, I. M.; XU, Y.; SÁNCHEZ, E.; IBÁÑEZ, M. J.; QUEREDA, M. F. Optimización del Proceso de Pulido para Piezas de Gres Porcelánico. **IX Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y Pavimento Cerámico**. España, v. 3, p. 405-413, 2006.

INGUNZA, M. P. D.; ANDREOLI, C. V.; NASCIMENTO, R. M.; TINOCO, J. D.; HOPPEN, C.; PEGORINI, E. S. Uso de resíduos do saneamento na fabricação da cerâmica vermelha. P. 283-359. In: **ANDREOLI, C. V. (coord.) Alternativas de uso de resíduos do saneamento**. Curitiba: PROSAB, p. 416, 2006.

KUMMER, L.; BASSETTI, F. J.; RIELLA, H. G.; AZEVEDO, J. C. R. Reutilização dos resíduos de polimento de porcelanato e feldspato na fabricação de novo produto cerâmico. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 12, n. 3, 2007.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F.; COELHO, J. M. **Rochas e Minerais Industriais: feldspato**. Feldspato. 2008. Disponível em: http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/1110/1/21.%20Feldspato_Rev_zemario_16_jul_2008.pdf.

MARQUES, L. N., MENEZES, R. R., NEVES, G. A., SANTANA, L.N.L., LIRA, H. L., FERREIRA, H.C. Reaproveitamento do resíduo do polimento de porcelanato para utilização em massa cerâmica. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.2.2, p. 34-42, 2007.

MENDES, B. C.; PEDROTI, L. G.; FONTES, M. P. F.; RIBEIRO, J. C. L.; VIEIRA, C. M. F.; PACHECO, A. A.; AZEVEDO, A. R. G. de. Technical and environmental

assessment of the incorporation of iron ore tailings in construction clay bricks. **Construction and Building Materials**. v. 227, p. 1-13. 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.

MONFORT, E.; ENRIQUE, J. E. Economia energética e vantagens meio ambientais da reutilização de resíduos. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v.1, n.4-5, p.14-20, 1996.

MONTANO, L.; BIANCHINI, N.; RINCÓN, J.M.; ROMERO, M. Sintering behavior of pressed red wastes from zinc hydrometallurgy. **Ceramics International**, Oxford, v.27, p.29-37, 2001.

MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 5° Ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2001.

MOTTA, J. F. M.; CABRAL JÚNIOR, M.; TANNO, L. C. Panorama das Matérias-Primas Utilizadas na Indústria de Revestimentos Cerâmicos: Desafios ao Setor Produtivo. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 4-6, n. 3, p.30-38, 1998.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL JÚNIOR, M. As matérias-primas cerâmicas: parte I – o perfil das principais indústrias cerâmicas e seus produtos. **Cerâmica Industrial**, São Carlos, v.6, n.2, 2001;

OLIVEIRA, A. P. N. de. Tecnologia de fabricação de revestimento cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v.5, p. 37-47, 2000.

OLIVEIRA, A. P. N.; Grês Porcelanato: Aspectos Mercadológicos E Tecnológicos, **Cerâmica Industrial**, v. 3, n. 3, p. 34-41, 1998;

OLIVEIRA, E. M.; PETERSON, M.; PELISSER, F.; OLIVEIRA, C. M.; ANTUNES, E. G. P. Efeito da Adição do Resíduo do Polimento de Porcelanato RPP na Durabilidade de Argamassa de Revestimento. **Cerâmica Industrial**, v. 23, n. 4, p. 42-49, 2018.

OLIVEIRA, M. R. C. **Caracterização, classificação e reciclagem do resíduo sólido – pó de balão – gerado na indústria siderúrgica de ferro gusa não integrada a carvão**

vegetal e seu aproveitamento tecnológico na fabricação de tijolos cerâmicos vermelhos para uso na construção civil. 2002. 154 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2002.

ORTS, M. J; GARCÍA-TEN, J.; IBAÑÉZ, M. J. Comportamiento del Gres Porcelánico Durante la Operación de Pulido. **Boletim de la Sociedade Española de Cerámica y Vidro**, v. 40, n. 6, p. 447-455, 2001.

PARK, Y. J.; HEO, J. Vitrification of fly ash from municipal solid waste incinerator. **Journal of Hazardous Materials**, Amsterdam, v. 2783, p.1-11, 2001.

PELISSER, F.; STEINER, L. R.; BERNARDIN, A. M. Recycling of porcelain tile polishing residue in Portland cement, hydration efficiency. **Environmental Science & technology**, v. 46, n. 4, p. 2368-2374, 2012.

PINHEIRO, A. S. **Produção de grês porcelanato a partir de matérias primas do Rio Grande do Norte e queima a gás natural.** Natal: Dissertação de Mestrado, UFRN, 2006;

PINHEIRO, L. M.; MUZARDO, C. D.; SANTOS, S. P. Estruturas de concreto: capítulo 2. In: EESC, Usp-. **Características do Concreto.** São Paulo, Cap. 2. p. 21-210, 2004.

PISCIELLA, P.; CRISUCCI, S.; KARAMANOV, A.; PELINO, M. Chemical durability of glasses obtained by vitrification of industrial wastes, **Wastes Management**, Amsterdam, v. 21, p.1-9, 2001.

QUARANTA, N.; PELOZO, G.; DÍAZ, O. Evaluation of Different Steel Wastes and its Influence in Ceramic Bricks Shaping by Extrusion. **Procedia Materials Science**. V. 8, p. 236-244. 2015.

QUEIROZ NETO, M. L.; MEDEIROS, M. K. S.; FLORÊNCIO, F. D. C.; SOUZA JÚNIOR, P. L. Geração de resíduo sólido proveniente da fabricação de cerâmica vermelha: caso de indústria cerâmica na região de Assú/RN. **VII Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental Campina Grande/PB**, Campina Grande, v. 7, p.1-5, 2016.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de Experimentos & Otimização de Processos.** 2. ed. revisada e ampliada. Campinas, SP: Casa do Pão, 2009. p. 125-133.

ROMERO, M.; RAWLINGS, R. D.; RINCÓN, J. M. Crystal nucleation and growth in glasses from inorganic wastes from urban incineration. **Journal of Non-Crystalline Solids**, Amsterdam, v. 271, p.106-118, 2000.

ROSSO, J.; CUNHA, E. S.; ROJAS-RAMÍRES, R. A. Características técnicas e polimento de porcelanatos. **Cerâmica Industrial**, v. 10, n. 4, p. 11-14, 2005.

RUFINO, E. S.; GALDINO, A. G. S. Avaliação das propriedades físico-mecânicas de argamassa com utilização de resíduos de fundição. **Cerâmica**, v. 61, n. 360, p. 428-434, 2015.

SALEM, A.; MATER, J.; dilatometric study of shrinkage during sintering process for porcelain stoneware body in presence of nepheline syenite, **Journal of Materials Processing Technology**. v. 209, n. 3, p. 1240-1246, 2009.

SAMPAIO, Z. L. M.; MARTINELLI, A. E.; GOMES, T. S.. Formulation and characterization of structural lightweight concrete containing residues of porcelain tile polishing, tire rubber and limestone. **Cerâmica**, v. 63, n. 368, p. 530-535, dez. 2017.

SÁNCHEZ, E. Consideraciones Técnicas Sobre el producto y el proceso de fabricación del gres porcelánico. **Cerámica**. n. 285, p. 73-91, 2002.

SÁNCHEZ, E.; IBÁÑEZ, M. J.; GARCÍA-TEN, J.; QUEREDA, M. F.; HUTCHINGS, I. M.; XU, Y. M. Porcelain tile microstructure: implications for polished tile properties. **Journal Of The European Ceramic Society**, v. 26, n. 13, p. 2533-2540, 2006

SCHETTINO, M. A. S.; HOLANDA, J. N. F. Characterization of Sugarcane Bagasse ash Waste for Its Use in Ceramic Floor Tile. **Procedia Materials Science**. v. 8, p. 190-196. 2015.

SEGADÃES, A. M. Use of Phase Diagrams to Guide Ceramic production from Wastes. *Advances in Applied*, **Ceramics**, v. 105, n.1, pp. 46-54, 2006.

SILVA, F. L.; ARAÚJO, F. G. S.; TEIXEIRA, M. P.; GOMES, R. C.; VON KRÜGER, F. L. Study of the recovery and recycling of tailings from the concentration of iron ore for the production of ceramic. **Ceramics International**. v. 40, n. 10, p. 16085-16089. 2014.

SILVA, M. G. **Avaliação da incorporação combinada dos resíduos de cascalho de perfuração de poços petrolífero e de polimento do porcelanato em cerâmica vermelha.** 2012. 158 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.

SILVA, R. V.; BRITO, J. de; LYE, C. Q.; DHIR, R. K. The role of glass waste in the production of ceramic-based products and other applications: A review. **Journal of Cleaner Production.** v. 167, p. 346-364. 2017.

SOUZA SANTOS, P. **Ciência e tecnologia das argilas.** São Paulo: Edgard Blucher, p. 234, 1992.

SOUZA, P. A. B. F. **Estudo do comportamento plástico, mecânico, microestrutural e térmico do concreto produzido com resíduo de porcelanato.** 2007. 208 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

VELLOSO, M. P. Os restos na história: percepções sobre resíduos. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 13, n. 6, p. 1953-1964, 2008.

VIJAYARAGAVAN, R.; MULLAINATHAN, S.; AMBALAVANAN, P.; NITHIYANANTHAM, S. Physico-mechanical investigations on mineralogical clay-based ceramic bodies with rock residue. **Journal Of King Saud University - Engineering Sciences**, v. 30, n. 2, p. 188-194, 2018.

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

WIGGERS, W. S.; SANTOS, R. A.; HOTZA, D. Evolução da Superfície do Porcelanato ao Longo do Processo de Polimento. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, p. 27-30, abr. 2007.

WILSON, D.C. Development drivers for waste management. **Waste Management & Research**, v. 25, n. 3, p. 198-207, 2007.

WONG, L. S. Formulation of an Optimal Mix Design of Stabilized Peat Columns with Fly Ash as a Pozzolan. **Arabian Journal For Science And Engineering**, v. 40, n. 4, p. 1015-1025, 2015.

YANG, L.; TANG, S.; LI, G.; QIAN, L.; MEI, J.; JIANG, W.; FAN, Z. Layered extrusion forming of complex ceramic structures using starch as removable support. **Ceramics International**, v. 45, n. 17, p. 21843-21850, 2019.

ZANELLI, C.; ARDIT, M.; CONTE, S.; SOLDATI, R.; CRUCIANI, G.; DONDI, M. Sinterização de porcelanatos com fluxo viscoso: uma revisão. **Cerâmica Industrial**, v. 24, n. 2, p. 7-12, 2019.

ZENG, L.; SUN, H.; PENG, T.; ZHENG, W. The sintering kinetics and properties of sintered glass-ceramics from coal fly ash of different particle size. **Results In Physics**, v. 15, p. 102774-102781, 2019.