



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E
AMBIENTAL
- DOUTORADO -

**APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS CERÂMICOS E DE
DIATOMITA NA FABRICAÇÃO DE AGREGADOS LEVES**

Por

Maelson Mendonça de Souza

*Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da Paraíba para
obtenção do grau de Doutor*

João Pessoa – Paraíba

Março de 2025



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E
AMBIENTAL**
- DOUTORADO -

APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS CERÂMICOS E DE DIATOMITA NA FABRICAÇÃO DE AGREGADOS LEVES

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal da Paraíba, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor.

Maelson Mendonça de Souza

Orientador: Prof. Dr. Normando Perazzo Barbosa

João Pessoa – Paraíba

Março de 2025

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

S729a Souza, Maelson Mendonça de.

Aproveitamento de resíduos cerâmicos e de diatomita na fabricação de agregados leves / Maelson Mendonça de Souza. - João Pessoa, 2025.

178 f. : il.

Orientação: Normando Perazzo Barbosa.

Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Cerâmica vermelha - Resíduo. 2. Resíduo de diatomita - Aproveitamento. 3. Agregado leve. I. Barbosa, Normando Perazzo. II. Título.

UFPB/BC

CDU 666.3(043)



PPGECAM

Programa de Pós-Graduação
Engenharia Civil e Ambiental

UFPB Universidade Federal da Paraíba

Mestrado e Doutorado



APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS CERÂMICOS E DE DIATOMITA NA FABRICAÇÃO DE AGREGADOS LEVES

MAELSON MENDONÇA DE SOUZA

**Tese aprovada em 13 de março de 2025
Período Letivo: 2024.2**

Documento assinado digitalmente



NORMANDO PERAZZO BARBOSA

Data: 14/03/2025 08:23:12-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Prof(a). Dr(a). Normando Perazzo Barbosa – UFPB
Orientador(a)**

Documento assinado digitalmente



ALINE FIGUEIREDO DA NOBREGA

Data: 19/03/2025 14:06:26-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Prof(a). Dr(a). Aline Figueirêdo da Nóbrega – UFPB
Examinador(a) Interno(a)**

Documento assinado digitalmente



MARCOS ALYSSANDRO SOARES DOS ANJOS

Data: 19/03/2025 16:10:36-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Prof(a). Dr(a). Marcos Alyssandro Soares dos Anjos – IFPB
Examinador(a) Interno(a)**

Documento assinado digitalmente



JOAO ADRIANO ROSSIGNOLO

Data: 19/03/2025 11:47:43-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Prof(a). Dr(a). João Adriano Rossignolo – USP
Examinador(a) Externo(a)**

Documento assinado digitalmente



KLEBER CAVALCANTI CABRAL

Data: 19/03/2025 16:53:49-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

**Prof(a). Dr(a). Kleber Cavalcanti Cabral – UFERSA
Examinador(a) Externo(a)**

**João Pessoa/PB
2025**

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a Deus, minha força e incentivo em todos os momentos. Aos meus pais, Terezinha e Antônio, que plantaram em mim a semente do conhecimento. Às minhas filhas, Cecília, Letícia e Maysa, que me inspiram a ser uma pessoa melhor a cada dia. À minha esposa, Aline, que acompanhou cada passo desta jornada comigo. A todos os meus familiares e amigos, aqueles que conhecem bem os capítulos desta trajetória.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, tenho que agradecer a Deus pelo dom da vida, por minha saúde e por me permitir realizar este projeto. Também gostaria de expressar minha mais profunda gratidão à minha família, especialmente a meus pais Terezinha e Antônio, meus irmãos Mônica e Maxwell, minha esposa Aline e minhas filhas Maysa, Cecília e Letícia. Além disso, sou grato aos meus amigos mais próximos. Muito obrigado por confiarem em mim, me dar ânimo e motivação durante esta caminhada. Saibam que palavras não podem expressar minha gratidão pelo apoio e compreensão de vocês ao longo destes últimos anos.

Em abril de 2021, ingressei neste Programa de Pós-Graduação. Este sonho não teria sido possível sem a concordância e apoio dos professores Normando Perazzo e Marcos Alyssandro. Por isso, estou profundamente grato a estes docentes. Naquela época, meu amigo Jennef Tavares, que havia me motivado a prestar tal concurso, gentilmente me ajudou com as minhas lacunas de conhecimento sobre o Programa e seus processos administrativos. Muito obrigado por todo o cuidado e atenção que me foi dedicada.

O desenvolvimento deste trabalho exigiu muito apoio acadêmico, e por isso tenho muitas pessoas a quem agradecer. De modo especial, agradeço aos professores Normando Perazzo e Marcos Alyssandro, por contribuírem nas etapas de conceitualização, investigação, metodologia, aquisição de recursos, administração do projeto e supervisão. Gostaria de estender estes agradecimentos aos professores Aline Nóbrega e Kleber Cabral pelo auxílio na revisão deste trabalho nas etapas de planejamento e qualificação desta Tese.

Grande parte das análises apresentadas neste trabalho se devem aos ensaios realizados nos laboratórios de: (a) Durabilidade, Solos, Pavimentação, Materiais de Construção, Caracterização de Materiais, Tecnologia Mineral e Materiais, do IFRN, (b) Caracterização Estrutural de Materiais, Multiusuário de Nutrição Animal, Propriedades Físicas dos Materiais Cerâmicos, da UFRN, (c) Materiais Metálicos, Síntese e Caracterização de Filmes Finos, da UFPB e (d) Isótopos Estáveis, da UFPE. Por isso, presto agradecimentos especiais para: Evilane, João Gabriel, Gian, Ricardo, Nathana, Luciana, Anny, Djalma, Flánelson, Ruan, Heloize, Randerson, João LaPFiMC, Normando Perazzo, Marcos Alyssandro e Anselmo. Muito obrigado por me proporcionar o auxílio necessário.

Eu seria negligente em não reconhecer que muitas outras pessoas foram fundamentais para a execução deste projeto. Por isso, muito obrigado a todos que me ajudaram nessa caminhada. Deus abençoe grandemente a cada um de vocês!

“Não fui eu que ordenei a você? Seja forte e corajoso! Não se apavore nem desanime, pois o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar”.

(Josué 1:9)

RESUMO

O uso de agregados leves (LWAs) em obras e serviços de engenharia está cada dia mais comum. Suas propriedades de densidade, absorção de água e resistência mecânica permitem sua utilização em um vasto campo de aplicações. Contudo, a fabricação de LWAs depende do consumo de recursos naturais. Diante disso, diversas pesquisas vêm testando o aproveitamento de subprodutos na elaboração de LWAs. Ao mesmo tempo, a fabricação e a utilização desordenada de diatomita e de materiais cerâmicos vêm resultando em severos impactos ambientais. Na China, dezenas de milhares de toneladas de resíduo de diatomita (DW) são produzidas anualmente, provocando o desperdício de recursos naturais, a emissão de CO₂ na atmosfera e a lixiviação de substâncias nitrogenadas no solo. Por sua vez, o resíduo da cerâmica vermelha (RCW) é um dos principais subprodutos gerados por materiais cerâmicos. Entretanto, não foram encontrados testes sobre a aplicação do DW ou do RCW em LWAs expansíveis. Por isto, o principal objetivo deste trabalho é avaliar a possibilidade de produção de LWAs expansíveis a partir do reaproveitamento do DW e do RCW. Inicialmente, todos os materiais de partidas foram beneficiados e caracterizados por fluorescência de raios-x, granulometria a laser, difração de raios-x, microscopia eletrônica de varredura e análise térmica simultânea. Em seguida, foram elaboradas 31 formulações distintas conforme os principais protocolos de desenvolvimento de LWAs. As misturas foram secas e em seguida sinterizadas a uma faixa de temperatura de 1100 a 1250°C, resultando em 124 amostras diferentes. Ensaios para determinação da expansibilidade, densidade, porosidade, absorção de água, resistência mecânica, perda de massa, microestrutura, mineralogia e do comportamento termogravimétrico foram realizados visando a tipificação das amostras obtidas. Posteriormente, foram avaliadas as potencialidades comerciais de cada um dos espécimes fabricados. As amostras elaboradas apresentaram densidade de partículas variando de 1,14 a 2,46 g/cm³. Os valores máximos para o índice de inchaço, perda de massa e resistência ao esmagamento foram de 48,3%, 11,9% e 40,52 MPa, respectivamente. Enquanto isso, os valores mínimos para porosidade fechada e absorção de água foram de 2,8% e 0,1%, nessa ordem. Os resultados revelaram que a composição mineralógica da argila e do resíduo cerâmico exerceram uma forte influência sobre o fenômeno de inchaço, influenciando na liberação de gases e atuando como substituto da matriz aluminossilicato. Ao todo, 78 espécimes apresentaram propriedades físicas e mecânicas dentro dos critérios exigidos para utilização de LWAs em aplicações comerciais. Destes, muitos agregados foram elaborados exclusivamente com resíduos. Os

resultados obtidos neste trabalho demonstram que é tecnicamente possível produzir agregados leves a partir da substituição de argila por resíduo da cerâmica vermelha e/ou por resíduo de diatomita. Descobriu-se também que o RCW, quando sinterizado em altas temperaturas, demonstra-se eficaz para redução da densidade de partículas e que a alta porosidade de DW também afeta a densidade dos LWAs. Além disso, os protocolos comumente utilizados para análise do potencial de inchaço de LWAs demonstraram-se inadequados quando aplicados em LWAs fabricados com RCW e DW. Assim, os resultados deste estudo exibem agregados leves com propriedades tecnológicas que brevemente poderão ser indispensáveis em planos de sustentabilidade na indústria da construção civil e na preservação do meio ambiente.

PALAVRAS-CHAVE: agregado leve, resíduo da cerâmica vermelha, resíduo de diatomita, aproveitamento.

ABSTRACT

The use of lightweight aggregates (LWAs) in engineering works and services is becoming increasingly common. Their properties of density, water absorption and mechanical resistance favour their use in a wide range of applications. However, the manufacture of LWAs depends on the consumption of natural resources. In view of this, various research projects have been trialling the use of by-products in the manufacture of LWAs. At the same time, the disorderly manufacture and use of diatomite and ceramic materials has resulted in severe environmental impacts. In China, tens of thousands of tonnes of diatomite waste (DW) are produced every year, wasting natural resources, emitting CO₂ into the atmosphere and leaching nitrogenous substances into the soil. In turn, red ceramic waste (RCW) is one of the main by-products generated by ceramic materials. However, no tests have been found on the application of DW or RCW in expandable LWAs. For this reason, the main objective of this work is to evaluate the possibility of producing LWAs from the reuse of DW and RCW. Initially, all the starting materials were processed and characterised by X-ray fluorescence, laser granulometry, X-ray diffraction, scanning electron microscopy and simultaneous thermal analysis. Next, 31 different formulations were prepared according to the main protocols for developing LWAs. The mixtures were dried and then sintered at a temperature range of 1100 to 1250°C, resulting in 124 different samples. Tests to determine expandability, density, porosity, water absorption, mechanical strength, loss of mass, microstructure, mineralogy and thermogravimetric behaviour were carried out in order to typify the samples obtained. Subsequently, the commercial potential of each of the manufactured specimens was assessed. The samples produced had a particle density ranging from 1.14 to 2.46 g/cm³. The maximum values for swelling index, mass loss and crushing strength were 48.3 per cent, 11.9 per cent and 40.52 MPa, respectively. Meanwhile, the minimum values for closed porosity and water absorption were 2.8% and 0.1%, in that order. The results revealed that the mineralogical composition of the clay and ceramic residue exerted a strong influence on the swelling phenomenon, influencing the release of gases and acting as a substitute for the aluminosilicate matrix. In all, 78 specimens showed physical and mechanical properties within the criteria required for the use of LWAs in commercial applications. Of these, many aggregates were made exclusively from waste. The results obtained in this study show that it is technically possible to produce lightweight aggregates by replacing clay with red ceramic waste and/or diatomite waste. It was also found that RCW, when sintered at high temperatures, is effective in reducing particle density and that

the high porosity of DW also affects the density of LWAs. Furthermore, the protocols commonly used to analyse the swelling potential of LWAs proved to be inadequate when applied to LWAs made with RCW and DW. Thus, the results of this study show lightweight aggregates with technological properties that could soon be indispensable in sustainability plans in the construction industry and in preserving the environment.

KEYWORDS: lightweight aggregate, red ceramic waste, diatomite waste, exploitation.

SUMÁRIO

RESUMO

ABSTRACT

LISTA DE FIGURAS.....	14
LISTA DE TABELAS.....	18
LISTA DE EQUAÇÕES.....	19
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS.....	20
1 INTRODUÇÃO.....	22
2 OBJETIVOS.....	24
2.1 OBJETIVO GERAL:.....	24
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:.....	24
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	25
3.1 AGREGADO LEVE.....	25
3.1.1 <i>Propriedades essenciais do LWA</i>	26
3.1.2 <i>Obtenção de LWAs com propriedades ideais</i>	29
3.1.2.1 Esquema de Riley.....	30
3.1.2.2 Esquema de Cougny.....	33
3.1.3 <i>Agregados leves elaborados com resíduos</i>	35
3.2 RESÍDUO DA CERÂMICA VERMELHA.....	36
3.3 CARACTERÍSTICAS E POTENCIALIDADES DO RCW NA FABRICAÇÃO DE LWAS....	37
3.3.1 <i>Fontes, Beneficiamento e Granulometria</i>	37
3.3.2 <i>Composição química</i>	38
3.3.3 <i>Mineralogia</i>	40
3.3.4 <i>Perda de massa</i>	42
3.3.5 <i>Microestrutura</i>	43
3.4 DIATOMITA.....	44
3.5 RESÍDUO DE DIATOMITA.....	45
3.6 CARACTERÍSTICAS E POTENCIALIDADES DO DW NA FABRICAÇÃO DE LWAS.....	47
3.6.1 <i>Composição química</i>	47
3.6.2 <i>Mineralogia</i>	49
3.6.3 <i>Granulometria</i>	50
3.6.4 <i>Perda de massa</i>	51
3.6.5 <i>Microestrutura</i>	52
3.7 ARGILA.....	53
3.8 CARACTERÍSTICAS E POTENCIALIDADES DA ARGILA NA FABRICAÇÃO DE LWA...	54
3.8.1 <i>Composição química</i>	54
3.8.2 <i>Mineralogia</i>	57
3.8.3 <i>Perda de massa</i>	58

4	MATERIAIS E MÉTODOS	59
4.1	MATERIAIS	59
4.1.1	<i>Resíduo de Diatomita</i>	<i>59</i>
4.1.2	<i>Resíduo da cerâmica vermelha.....</i>	<i>59</i>
4.1.3	<i>Argila.....</i>	<i>60</i>
4.1.4	<i>Água para homogeneização das misturas.....</i>	<i>61</i>
4.2	MÉTODOS	61
4.2.1	<i>Fabricação do agregado leve.....</i>	<i>61</i>
4.2.1.1	Beneficiamento das matérias-primas.....	61
4.2.1.2	Caracterização das matérias-primas	63
4.2.1.3	Elaboração das misturas	68
4.2.1.4	Homogeneização e conformação dos agregados	71
4.2.1.5	Secagem e Sinterização dos grânulos.....	72
4.2.1.6	Caracterização dos agregados leves	72
4.2.2	<i>Potencialidades dos materiais fabricados.....</i>	<i>79</i>
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	81
5.1	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	81
5.1.1	<i>Composição granulométrica</i>	<i>81</i>
5.1.2	<i>Composição mineralógica.....</i>	<i>82</i>
5.1.3	<i>Perda de massa.....</i>	<i>84</i>
5.1.4	<i>Microestrutura.....</i>	<i>87</i>
5.2	CARACTERIZAÇÃO DOS AGREGADOS LEVES.....	91
5.2.1	<i>Índice de inchaço (BI)</i>	<i>91</i>
5.2.1.1	Amostras Binárias	91
5.2.1.2	Amostras Ternárias.....	100
5.2.2	<i>Perda de massa (LOI)</i>	<i>105</i>
5.2.2.1	Amostras Binárias	105
5.2.2.2	Amostras Ternárias.....	108
5.2.3	<i>Densidade (ρ_d)</i>	<i>109</i>
5.2.3.1	Amostras Binárias	109
5.2.3.2	Amostras Ternárias.....	115
5.2.4	<i>Porosidade fechada (P_c)</i>	<i>116</i>
5.2.4.1	Amostras Binárias	116
5.2.4.2	Amostras Ternárias.....	121
5.2.5	<i>Absorção de água (WA_{24H}).....</i>	<i>123</i>
5.2.5.1	Amostras Binárias	123
5.2.5.2	Amostras Ternárias.....	127
5.2.6	<i>Resistência ao esmagamento (S)</i>	<i>129</i>
5.2.6.1	Amostras Binárias	129
5.2.6.2	Amostras Ternárias.....	134
5.2.7	<i>Composição mineralógica.....</i>	<i>135</i>
5.2.7.1	Amostras Binárias	135
5.2.7.2	Amostras Ternárias.....	139
5.2.8	<i>Análise térmica.....</i>	<i>140</i>
5.2.8.1	Amostra Binária.....	140
5.2.8.2	Amostra Ternária.....	141
5.2.9	<i>Microestrutura.....</i>	<i>141</i>

5.2.9.1	Amostras Binárias	141
5.2.9.2	Amostra Ternária	144
5.3	POTENCIALIDADES DOS MATERIAIS FABRICADOS	145
5.3.1	<i>Amostras Binárias</i>	145
5.3.2	<i>Amostras Ternárias</i>	147
6	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	151
6.1	CONCLUSÕES	151
6.2	RECOMENDAÇÕES	154
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	155
	APÊNDICE A: MISTURAS BINÁRIAS APÓS SECAGEM E SINTERIZAÇÃO..	165
	APÊNDICE B: MISTURAS TERNÁRIAS APÓS SECAGEM E SINTERIZAÇÃO	168
	APÊNDICE C: ÍNDICE DE INCHAÇO RELATIVO DAS MISTURAS BINÁRIAS	170
	APÊNDICE D: ÍNDICE DE INCHAÇO RELATIVO DAS MISTURAS TERNÁRIAS	174
	APÊNDICE E - DENSIDADE REAL (D_T) E DENSIDADE DAS AMOSTRAS SECAS, EXCLUINDO-SE OS POROS PERMEÁVEIS (P_S) DAS MISTURAS BINÁRIAS	176
	APÊNDICE F - POROSIDADE TOTAL (P_T) E POROSIDADE ABERTA (P_O) DAS MISTURAS BINÁRIAS	177
	APÊNDICE G - DENSIDADE REAL (D_T) E DENSIDADE DAS AMOSTRAS SECAS, EXCLUINDO-SE OS POROS PERMEÁVEIS (P_S) DAS MISTURAS TERNÁRIAS	178
	APÊNDICE H - POROSIDADE TOTAL (P_T) E POROSIDADE ABERTA (P_O) DAS MISTURAS TERNÁRIAS	179

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Organograma da produção de LWAs. Adaptado, Rossignolo (2009).....	26
Figura 2- Fotografias e Micrografias de LWAs: (a) fotografia de um LWA sinterizado a 1200 °C, (b) micrografia da superfície de fratura de um LWA sinterizado a 1200 °C, (c) fotografia de um LWA sinterizado a 1250 °C e (d) micrografia da superfície de fratura de um LWA sinterizado a 1250 °C. Adaptado, Souza (2019).....	29
Figura 3 - Micrografias capturadas durante a sinterização de uma amostra de argila a: (a) 40 °C, (b) 1174 °C, (c) 1250 °C e (d) 1300 °C. Adaptado, Quina <i>et al.</i> (2014).....	30
Figura 4 - Diagrama ternário de Riley. Adaptado, Riley (1951).....	31
Figura 5 - Faixa granulométrica ideal para expansão. Adaptado, Cougny (1990).....	34
Figura 6 - Perda de massa do RCW.....	42
Figura 7 - Imagens de MEV do RCW, a (a) 100x, (b) 500x, Adaptado, Dang <i>et al.</i> (2018).	44
Figura 8 - Acúmulo de diatomita de baixo grau nas instalações de uma pequena mineradora, Rio do Fogo-RN.	46
Figura 9 - Perda de massa do Resíduo de Diatomita.....	51
Figura 10 – Imagens de MEV do resíduo de diatomita (a) Adaptado, Yang <i>et al.</i> (2014) e Sun <i>et al.</i> (2017), (b) Adaptado, Yao <i>et al.</i> (2018) e Hao <i>et al.</i> (2019).....	52
Figura 11 - Composição química de algumas argilas no Diagrama ternário de Riley. Adaptado, Riley (1951).	56
Figura 12 - Perda de massa da argila.....	58
Figura 13 - Ilustração do processo de geração do resíduo de diatomita.....	59
Figura 14 - Amostra de resíduo cerâmico utilizado na pesquisa.	60
Figura 15 - Amostra de argila utilizada na pesquisa.	60
Figura 16 - Resumo da organização desta pesquisa.	61
Figura 17 - Estufa utilizada na pesquisa.....	62
Figura 18 - Moinho de bolas utilizado na pesquisa.	62
Figura 19 - Aspecto das matérias-primas beneficiadas: (a) Argila vermelha, (b) Resíduo cerâmico, (c) Resíduo de diatomita.	63
Figura 20 - Espectrômetro portátil Thermo Scientific Niton XL3T. Fonte: LT2M/IFRN..	64
Figura 21 - Difratorômetro de raios-x Shimadzu, XRD-7000.....	66

Figura 22 - Forno de câmara trifásico JUNG.	67
Figura 23 - Microscópio Vega-3 LMU TESCAN.	68
Figura 24 - Composição química das formulações. (a) Binárias, (b) Ternárias. Adaptado, Riley (1951).	70
Figura 25 - Aspecto das amostras após homogeneização e conformação	71
Figura 26 - Forno de câmara usado na pesquisa.	72
Figura 27 - Balança usada na determinação da massa submersa.	74
Figura 28 - Procedimentos adotados no ensaio de densidade real.	76
Figura 29 - Prensa utilizada na determinação da resistência ao esmagamento dos LWAs.	77
Figura 30 - Diagrama de potencialidades comerciais para os agregados leves fabricados. Adaptado, Souza (2019).	80
Figura 31 - Composição granulométrica da argila vermelha (RC), do resíduo cerâmico (RCW) e do resíduo de diatomita (DW).	81
Figura 32 - Padrão de difração de DRX da argila vermelha (RC).	82
Figura 33 - Padrão de difração de DRX do resíduo cerâmico (RCW).	83
Figura 34 - Padrão de difração de DRX do resíduo de diatomita (DW).	84
Figura 35 - Análise térmica simultânea (STA) da argila vermelha (RC).	85
Figura 36 - Análise térmica simultânea (STA) do resíduo cerâmico (RCW).	86
Figura 37 - Análise térmica simultânea (STA) do resíduo de diatomita (DW).	86
Figura 38 - Morfologia da argila vermelha (RC): (a) 133x e (b) 1990x.	87
Figura 39 - Influência do RC no teor de água adicionado a mistura.	88
Figura 40 - Morfologia do resíduo da cerâmica vermelha (RCW): (a) 136x e (b) 2000x... ..	88
Figura 41 - Influência do RCW no teor de água adicionado a mistura.	89
Figura 42 - Morfologia do resíduo de diatomita (DW): (a) 665x e (b) 2000x.	90
Figura 43 - Influência do DW no teor de água adicionado a mistura.	90
Figura 44 - Comportamento de algumas misturas binárias após secagem e sinterização. ..	93
Figura 45 - Índice de inchaço relativo, amostras B2, B8 e B19.	96
Figura 46 - Influência do RCW no <i>BI</i> das misturas RCW + RC.	97
Figura 47 - Influência do RCW no <i>BI</i> das misturas RCW + DW.	98

Figura 48 - Influência do DW no <i>BI</i> das misturas RC + DW.....	99
Figura 49 - Influência da temperatura sobre o <i>BI</i> médio das amostras	100
Figura 50 - Comportamento das misturas T3, T6 e T9 após secagem e sinterização.	102
Figura 51 - Índice de inchaço relativo, amostras T2, T5 e T9.....	104
Figura 52 - Perda de massa das misturas binárias.	105
Figura 53 - Influência do RCW na <i>LOI</i> das misturas binárias.	106
Figura 54 - Influência do DW na <i>LOI</i> das misturas binárias.....	107
Figura 55 - Perda de massa das misturas ternárias.	108
Figura 56 - Influência do RCW na ρd das misturas RCW + RC.....	111
Figura 57 - Influência do RCW na ρd das misturas RCW + DW.	112
Figura 58 - Influência do DW na ρd das misturas RC + DW.....	113
Figura 59 - Influência da temperatura sobre a ρd média das amostras.....	114
Figura 60 - Influência do RCW na <i>Pc</i> das misturas RCW + RC.	118
Figura 61 - Influência do RCW na <i>Pc</i> das misturas RCW + DW.	119
Figura 62 - Influência do DW na <i>Pc</i> das misturas RC + DW.	120
Figura 63 - Influência da temperatura sobre a <i>Pc</i> média das amostras	121
Figura 64 - Influência do RCW na WA_{24H} das misturas RCW + RC.	125
Figura 65 - Influência do RCW na WA_{24H} das misturas RCW + DW.	125
Figura 66 - Influência do DW na WA_{24H} das misturas RC + DW.	126
Figura 67 - Influência da temperatura sobre a WA_{24H} média das amostras	127
Figura 68 - Influência do RCW na <i>S</i> das misturas RCW + RC.....	131
Figura 69 - Influência do RCW na <i>S</i> das misturas RCW + DW.	132
Figura 70 - Influência do DW na <i>S</i> das misturas RC + DW.....	133
Figura 71 - Influência da temperatura sobre a <i>S</i> média das amostras.....	133
Figura 72 - Padrão de difração de DRX da amostra B5 a 1250 °C.....	136
Figura 73 - Padrão de difração de DRX da amostra B7 a 1250 °C.....	137
Figura 74 - Padrão de difração de DRX da amostra B17 a 1250 °C.....	138

Figura 75 - Padrão de difração de DRX da amostra T5 a 1250 °C.	139
Figura 76 - Análise térmica simultânea (STA) da amostra B5.....	140
Figura 77 - Análise térmica simultânea (STA) da amostra T5.....	141
Figura 78 - Microestruturas observadas em B5 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.....	142
Figura 79 - Microestruturas observadas em B7 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.....	143
Figura 80 - Microestruturas observadas em B17 (135x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.....	143
Figura 81 - Microestruturas observadas em T5 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.....	144
Figura 82 - Potencialidades comerciais das formulações binárias.	145
Figura 83 - Potencialidades comerciais das formulações Ternárias.....	148

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características de LWAs comerciais.....	27
Tabela 2 - Composição química do RCW	39
Tabela 3 - Composição mineralógica do RCW	41
Tabela 4 - Composição química do Resíduo de Diatomita	48
Tabela 5 - Composição mineralógica do Resíduo de Diatomita	49
Tabela 6 - Composição granulométrica do Resíduo de Diatomita.....	50
Tabela 7 - Composição química da Argila	55
Tabela 8 - Composição mineralógica da Argila	57
Tabela 9 - Composição química dos materiais de partida.	64
Tabela 10 - Composição das misturas Binárias (% em massa).	69
Tabela 11 - Composição das misturas Ternárias (% em massa).	70
Tabela 12 - Ensaio de caracterização das amostras produzidas.	73
Tabela 13 - Índice de inchaço e comportamento das misturas Binárias.....	92
Tabela 14 - Índice de inchaço e comportamento das misturas Ternárias.....	101
Tabela 15 - Densidade de partículas (ρ_d) das misturas Binárias (g/cm^3).....	109
Tabela 16 - Densidade de partículas (ρ_d) das misturas Ternárias (g/cm^3).....	115
Tabela 17 - Porosidade fechada (P_c) das misturas Binárias.....	117
Tabela 18 - Porosidade fechada (P_c) das misturas Ternárias.....	122
Tabela 19 - Absorção de água (WA_{24H}) das misturas Binárias	123
Tabela 20 - Absorção de água (WA_{24H}) das misturas Ternárias	128
Tabela 21 - Resistência ao esmagamento (S) das misturas Binárias (MPa).....	129
Tabela 22 - Resistência ao esmagamento (S) das misturas Ternárias (MPa).....	134

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1:	67
Equação 2:	73
Equação 3:	74
Equação 4:	74
Equação 5:	75
Equação 6	75
Equação 7:	75
Equação 8:	75
Equação 9:	76
Equação 10	77

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
<i>BI</i>	Índice de inchaço
CAERN	Companhia de Águas e Esgotos do Rio Grande do Norte
D50	Diâmetro a 50%
DIACON	Diretoria Acadêmica de Construção Civil
DIAREN	Diretoria Acadêmica de Recursos Naturais
D _{máx.}	Diâmetro máximo
D _{méd.}	Diâmetro médio
DRX	Difração de raios-x
<i>Dt</i>	Densidade real
DTA	Análise térmica diferencial
DTG	Termogravimetria derivada
DW	<i>Diatomite waste</i> - Resíduo de diatomita
EAJ	Escola Agrícola de Jundiá
FRX	Fluorescência de raios-x
IFRN	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do RN
LACAM	Laboratório de Caracterização de Materiais
LAPFIMC	Laboratório de propriedades físicas dos materiais cerâmicos
<i>LOI</i>	Perda de massa durante sinterização
LT2M	Laboratório de Tecnologia Mineral e Materiais
LWA	<i>Lightweight aggregate</i> - Agregado leve
LWAs	<i>Lightweight aggregates</i> - Agregados leves
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal
NBR	Norma Brasileira
NM	Norma Mercosul
<i>P_C</i>	Porosidade fechada
PCMs	Materiais de mudança de fase
<i>P_O</i>	Porosidade aberta

P_T	Porosidade total
RC	<i>Red clay</i> - Argila vermelha
RCD	Resíduo de construções e demolições
RCW	<i>Red ceramic waste</i> - Resíduo da cerâmica vermelha
RHA	<i>Rice husk ash</i> - Cinza da casca do arroz
S	Resistência ao esmagamento
S.E.	Área de superfície específica
SS	<i>Sewage sludge</i> - Lodo de esgoto
STA	Análise térmica simultânea
TGA	Análise termogravimétrica
UFPB	Universidade Federal da Paraíba
UFRN	Universidade Federal do Rio Grande do Norte
WA_{24H}	Absorção de água após 24h de imersão
ρ_d	Massa específica aparente
ρ_s	Densidade das amostras secas, excluindo-se os poros permeáveis
Σ Fluxo	Somatório de óxidos fundentes (Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO e MgO).

1 INTRODUÇÃO

A utilização de diatomita e de materiais cerâmicos é uma prática comum na engenharia. A abundância de suas matérias-primas na crosta terrestre favorece tais aplicações. Contudo, a utilização desordenada destes materiais, normalmente, resulta em severos impactos ambientais. Os processos de urbanização e industrialização vêm potencializando o esgotamento dos recursos naturais e a geração de resíduos (Pitarch *et al.*, 2021), (Sarkar; Dana, 2021), (Gong *et al.*, 2019). Nesse contexto, diversos pesquisadores vêm se debruçando sobre o tema, na busca de soluções que possam potencializar a preservação dos recursos naturais e reduzir os impactos ambientais (Letelier *et al.*, 2016), (Galán-Arboledas *et al.*, 2017), (Martín *et al.*, 2018), (Fiala *et al.*, 2020), (Tremiño *et al.*, 2021), (Mendes *et al.*, 2021).

Em 2023, a produção mundial de diatomita foi de aproximadamente 2,6 milhões de toneladas (Crangle, 2024). Contudo, durante a fabricação e após a utilização deste material, ocorre a geração de resíduos ambientalmente perigosos (Galán-Arboledas *et al.*, 2017). Na China, dezenas de milhares de toneladas de resíduo de diatomita (DW) são produzidas anualmente (Mei *et al.*, 2014), (Gong *et al.*, 2019). Segundo Gong *et al.* (2019), os principais riscos do DW são o desperdício de recursos naturais, a emissão de CO₂ na atmosfera e a lixiviação de substâncias nitrogenadas no solo. Estudos apontam que uma quantidade significativa de DW é gerada durante a fabricação de cerveja, a filtração de óleos vegetais e a produção de diatomita de alta pureza (Gong *et al.*, 2019), (Sun *et al.*, 2020).

A grande parcela dos resíduos cerâmicos são gerados a partir de construções e demolições (RCD) ou de peças fabricadas com defeitos (Pitarch *et al.*, 2021). Além disso, a fragilidade dos materiais cerâmicos contribui para a geração destes resíduos. Estudos apontam que o resíduo da cerâmica vermelha (RCW) é um dos principais subprodutos gerados por materiais cerâmicos. Estima-se que quase um terço da produção mundial de cerâmica é desperdiçada diariamente, devido à elaboração de peças defeituosas (Ray *et al.*, 2021). Assim, percebe-se a necessidade de estudos sobre possíveis métodos de reutilização destes resíduos.

A partir da literatura publicada, percebe-se que muitas pesquisas vêm sendo realizadas com o intuito de encontrar uma solução sustentável tanto para o DW quanto para o RCW. Estudos bem-sucedidos relatam a utilização de DW na fabricação de tijolos e de materiais cerâmicos porosos, e na elaboração de concretos (Letelier *et al.*, 2016), (Galán-Arboledas *et al.*, 2017), (Hao *et al.*, 2019). De forma análoga, alguns estudiosos testaram o

potencial de reaproveitamento do RCW em geopolímeros, pastas, argamassas e/ou concretos, e como material pozolânico ou agregado reciclado (Dang *et al.*, 2018), (Ameri *et al.*, 2019), (Carrillo-Beltran *et al.*, 2021), (Pitarch *et al.*, 2021). Entretanto, não foram encontrados testes sobre a aplicação do DW ou do RCW em agregados leves (LWAs) expansíveis.

De acordo com os padrões europeus, agregados leves são materiais granulares que, para aplicação em argamassas e concretos, devem apresentar densidade de partículas inferior a $2,0\text{g/cm}^3$ e massa unitária menor que $1,2\text{g/cm}^3$ (BSI, 2002). O uso de LWAs em obras e serviços de engenharia está cada dia mais comum. Suas propriedades de densidade, absorção de água e resistência mecânica permitem sua utilização em um vasto campo de aplicações. Contudo, a fabricação de LWAs também resulta do consumo de recursos naturais (Souza, 2019). Dessa forma, percebe-se uma sinergia entre as problemáticas dos resíduos testados e dos LWAs.

Nos últimos anos, diversos subprodutos foram testados na fabricação de agregados leves (Soltan *et al.*, 2016), (Lyra *et al.*, 2019), (Souza *et al.*, 2020). Estudos bem-sucedidos apontam que esta técnica demonstra um elevado potencial para incorporação de resíduos (Świerczek *et al.*, 2018), (Souza *et al.*, 2021). Ao mesmo tempo, os dados da literatura publicada permitem pressupor que tanto o RCW quanto o DW possuem um potencial significativo para fabricação de LWAs. Aparentemente, a composição química destes resíduos pode favorecer a obtenção de uma massa com viscosidade adequada para a captura de gases (Martín *et al.*, 2018), (Yao *et al.*, 2018), (Lasseguette *et al.*, 2019). Ao mesmo tempo, foram identificados minerais com potencial para produção de gases (Hao *et al.*, 2019), (Juan-Valdes *et al.*, 2021), (Tremiño *et al.*, 2021).

À vista disso, a elaboração de LWAs a partir do DW e/ou RCW torna-se uma prática interessante do ponto de vista ambiental. Se tais resíduos puderem ser transformados em novos produtos comerciais, esta solução irá beneficiar o meio ambiente, preservando os recursos naturais e reduzindo a disposição dos resíduos em aterros, além de promover avanços tecnológicos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral:

O principal objetivo deste trabalho é desenvolver agregados leves a partir do reaproveitamento dos resíduos de diatomita e da cerâmica vermelha.

2.2 Objetivos Específicos:

- Investigar as formulações ideais para cada resíduo, assim como as suas respectivas temperaturas de sinterização.
- Analisar o efeito da adição dos resíduos e da metodologia de sinterização sobre as principais propriedades dos agregados leves.
- Analisar o comportamento de expansão das amostras fabricadas, para avaliar se os principais esquemas de previsão de inchaço são adequados para os resíduos testados.
- Comparar os resultados obtidos com os valores exigidos por padrões nacionais e internacionais ou com os resultados apresentados por LWAs comercialmente produzidos.
- Estabelecer critérios e classificar os agregados produzidos, a partir das propriedades encontradas, demonstrando sua viabilidade de uso para as principais aplicações comerciais de agregados leves em obras e serviços de engenharia.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Agregado leve (LWA)

Agregados são materiais granulares, geralmente inertes, com dimensões variadas e propriedades adequadas para o uso em obras e serviços de engenharia. De acordo com a massa unitária, os agregados podem ser classificados como leves, normais ou pesados (Yazigi, 1999). Os agregados leves são materiais de baixa densidade, que podem ser divididos em dois tipos principais: (a) Agregados leves naturais, como, por exemplo, escória vulcânica, pomes ou tufo e (b) Agregados produzidos por sinterização e expansão, tais como, argila expandida, escória de alto-forno, diatomita e cinza volante (ABNT NBR NM 35, 1995), (ABNT NBR 9935, 2011).

Um dos primeiros relatos sobre o uso de LWAs artificiais data de 2800 anos a.C.. Segundo Chandra; Berntsson (2002), durante a civilização do Vale do Indo, tijolos queimados foram triturados e utilizados como agregados para fabricação de concreto. De acordo com os autores, este LWA era poroso e apresentava uma estrutura semelhante ao LWA fabricado com argila sinterizada. Na Noruega, a produção comercial de agregados leves começou em 1954. Em 2002, a Norwegian Leca já produzia cerca de 1 milhão de m³ de argila expandida por ano (Chandra; Berntsson, 2002). No Brasil, a argila expandida começou a ser fabricada comercialmente a partir da década de 1970 e, desde o ano 2000, vem sendo comercializada pela empresa CINEXPAN (Rossignolo, 2009).

A Figura 1 apresenta um organograma do processo de produção de LWAs em forno rotativo, conforme descrito por Rossignolo (2009). Inicialmente, os materiais de partida são homogeneizados. Em seguida, os torrões de argila são desintegrados em frações granulométricas menores que 5 cm. Para que a argila obtenha uma trabalhabilidade adequada para extrusão, o material é novamente submetido ao processo de mistura e homogeneização. Alguns aditivos podem ser utilizados nesta etapa a fim de potencializar a expansão dos agregados durante a sinterização. Posteriormente, o material passa por laminação e é encaminhado para pelotização, sendo extrusado em boquilhas de formato circular, com diâmetros adequados à obtenção da granulometria desejada. Logo depois, o material é cortado e transportado para um forno rotativo a temperaturas de 1000 a 1350 °C. Por fim, o LWA produzido é resfriado por ventiladores, classificado por peneiramento e armazenado (Rossignolo, 2009).



Figura 1- Organograma da produção de LWAs. Adaptado, Rossignolo (2009).

A crescente demanda por materiais estruturais de baixa densidade, com elevado desempenho acústico, térmico e higrométrico, vem impulsionando o interesse pela utilização de agregados leves (Dondi *et al.*, 2016). A diversidade de LWAs possíveis de serem produzidos é outro fator favorável. Segundo González-Corrochano *et al.* (2009), uma única planta, localizada na Espanha, produz diversos tipos de LWAs que, por sua vez, podem ser utilizados em diferentes aplicações, como, por exemplo: isolamento térmico e acústico, aplicações geotécnicas, jardinagem, horticultura, estruturas leves pré-fabricadas, concretos leves e argamassas refratárias. Os autores destacam que a escolha do LWA depende das propriedades desejadas para cada serviço.

3.1.1 Propriedades essenciais do LWA

Com base na literatura publicada é possível afirmar que as propriedades mais utilizadas para diferenciação e escolha de agregados leves comerciais são: densidade, resistência mecânica, absorção de água, composição granulométrica, porosidade e textura superficial (Chandra; Berntsson, 2002), (Ducman *et al.*, 2002), (González-Corrochano *et al.*, 2009), (Rossignolo, 2009). A título de exemplo, na pesquisa conduzida por González-Corrochano *et al.* (2009), os LWAs fabricados foram classificados em três grupos distintos: (I) LWAs com baixa resistência e alta absorção de água, (II) LWAs com média resistência e média absorção de água e (III) LWAs com alta resistência e baixa absorção de água. Neste estudo, foram fixados os dados de densidade de partículas secas (<2,00 g/cm³) e granulometria (<10 mm), a categorização ocorreu a partir de uma análise comparativa com LWAs comerciais.

A Tabela 1 apresenta um resumo das propriedades de alguns dos principais LWAs comerciais fabricados no mundo. Dentre as matérias-primas utilizadas para a produção dos LWAs, percebe-se uma forte preferência pelo uso de argila. Segundo Ayati *et al.* (2018), a argila é comumente utilizada na fabricação de LWAs devido à disponibilidade próxima às áreas urbanas, à facilidade de conformação em grânulos e por resultar em amostras leves e

resistentes quando submetidas à sinterização. Além disso, os autores apontam que a argila pode ser reaproveitada de escavações e da extração de sedimentos em rios, portos e reservatórios.

Tabela 1- Características de LWAs comerciais.

	Alemanha	Brasil	Dinamarca	EUA	Espanha	Hungria	Inglaterra	Suécia
Matéria-prima	Argila	Argila	Argila	Folhelho	Argila	Resíduos de vidro	Cinzas volantes	Argila
Massa específica (g/cm³)	0,6 - 1,8	0,6 - 1,5	0,6 - 1,8	1,4	1,4	0,5 - 1,1	1,3 - 2,1	-
Massa unitária (g/cm³)	0,3 - 0,9	0,5 - 0,9	0,3 - 0,9	0,8	0,8	0,3 - 0,6	0,6 - 1,1	0,26 - 0,4
Dimensão (mm)	2,0 - 19,0	0,5 - 19,0	0,5 - 16,0	4,0 - 16,0	1,0 - 10,0	4,0 - 16,0	0,5 - 19,0	-
Absorção de água 24h (%)	11,0 - 17,0	6,0 - 10,0	11,0 - 30,0	15	13	0,4 - 40,0	15,0 - 20,0	-
Resistência ao esmagamento (MPa)	0,9 - 4,0	2,3	-	-	1,0 - 6,9	-	-	0,75 - 1,5

Fonte: Adaptado, Chandra; Berntsson (2002), Rossignolo (2009), González-Corrochano *et al.* (2009), Lau *et al.* (2018), Souza (2019), Chung *et al.* (2021).

Conforme a Tabela 1, os valores de massa específica e massa unitária dos agregados variaram de 0,5 a 2,1g/cm³ e de 0,26 a 1,1g/cm³, respectivamente. De acordo com os padrões europeus, os LWAs utilizados em concretos e argamassas devem apresentar densidade de partículas inferior a 2,0g/cm³ e densidade a granel menor que 1,2g/cm³ (BSI, 2002). Dessa forma, com exceção do material produzido na Inglaterra, todos os agregados comerciais apresentados atendem integralmente os requisitos de densidade propostos pela EN-13055-1 (BSI, 2002). Segundo Chandra; Berntsson (2002), o processo de fabricação dos LWAs exerce uma forte influência sobre a densidade do material. De acordo com os autores, o tipo de granulação das amostras, o teor de água utilizado como aglutinante e a metodologia de sinterização adotada são etapas fundamentais, que influenciam significativamente os valores de densidade obtidos.

Os dados da Tabela 1 demonstram que o tamanho dos grãos dos agregados leves comerciais variou de 0,5 a 19,0mm. Estes resultados apontam que tais materiais possuem frações granulométricas adequadas para utilização como agregado miúdo (grãos passantes pela peneira de 4,75 mm) e agregado graúdo (grãos retidos pela peneira de 4,75 mm) (ABNT NBR 7211, 2009). De modo geral, os tamanhos de partículas encontrados em outros LWAs comerciais variam entre 1 e 25 mm. Além disso, quanto maior o tamanho dos grãos, menor a densidade e a resistência do agregado. Isto ocorre porque grãos maiores possuem maiores

vazios e uma camada externa menos compacta (Chandra; Berntsson, 2002), (Rossignolo, 2009).

A Tabela 1 também expõe a taxa de absorção de água encontrada em diferentes LWAs comerciais. Os valores de absorção de água variaram de 0,4 a 40%. Contudo, com exceção de alguns espécimes do LWA produzido na Hungria, todos os agregados relatados apresentaram índices de absorção significativamente maiores do que aqueles encontrados em agregados naturais, como, por exemplo a areia e o seixo rolado (Lynn *et al.*, 2015). De acordo com González-Corrochano *et al.* (2011), a taxa de absorção de água dos LWAs é costumeiramente maior do que aquela encontrada em agregados de densidade normal, devido à alta porosidade dos LWAs.

A partir dos estudos disponíveis na literatura, foi possível identificar o desempenho de resistência ao esmagamento dos LWAs fabricados na Alemanha, no Brasil, na Espanha e na Suécia (Tabela 1). Os resultados encontrados variaram entre 0,75 e 6,9 MPa. Estes valores são menores do que o mínimo exigido na China para produção de concretos (Liu *et al.*, 2018a). Contudo, cabe ressaltar que tais materiais são amplamente utilizados na produção de concretos leves estruturais em seus respectivos países. Isto ocorre, pela falta de consenso na padronização internacional e, porque em muitos países, inclusive no Brasil, ainda não existe uma normatização sobre a resistência mecânica mínima e/ou ideal para LWAs (Souza, 2019). De acordo com Bernhardt *et al.* (2013), durante a fabricação de LWAs é fundamental produzir materiais com boas propriedades mecânicas, pois a resistência mecânica do agregado leve exerce uma forte influência sobre a resistência final do concreto leve.

De acordo com Ayati *et al.* (2018), um agregado leve com propriedades ideais para utilização em argamassas e concretos deve apresentar: um núcleo poroso fortemente sinterizado, uma superfície áspera e impermeável e um formato aproximadamente esférico. Estas características podem ser exemplificadas a partir das fotografias e micrografias de dois LWAs fabricados por Souza (2019), conforme Figura 2. Neste estudo, os LWAs elaborados mediante a mistura de lodo de esgoto (SS), cinza da casca do arroz (RHA) e argila vermelha (RC), quando sinterizados a 1200 e 1250 °C exibiram: (a) baixa densidade (b) um núcleo cerâmico com elevada porosidade, (c) poros isolados e praticamente esféricos, (d) uma superfície vitrificada pouco porosa e (e) um formato esférico. As características microestruturais e de estrutura de poros encontradas por Souza (2019) também atendem aos requisitos básicos para LWAs de boa qualidade, estabelecidos por Cheeseman *et al.* (2005).

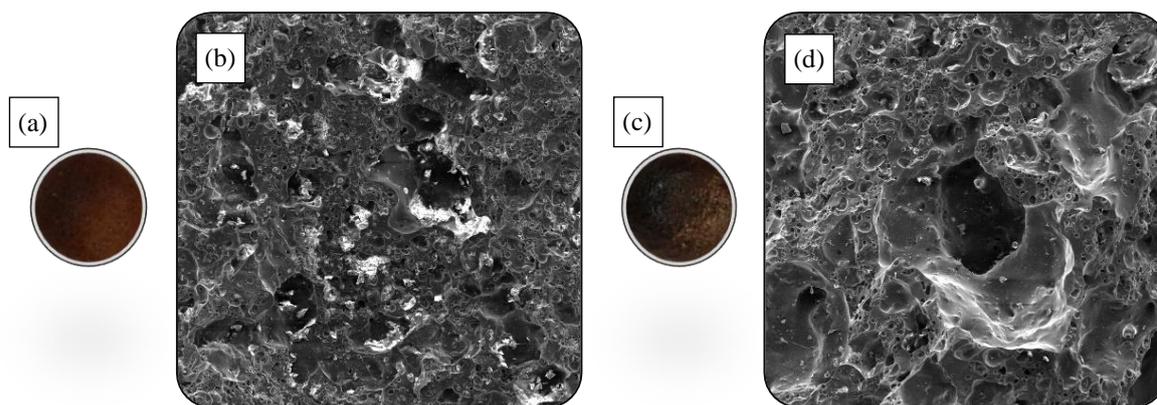


Figura 2- Fotografias e Micrografias de LWAs: (a) fotografia de um LWA sinterizado a 1200 °C, (b) micrografia da superfície de fratura de um LWA sinterizado a 1200 °C, (c) fotografia de um LWA sinterizado a 1250 °C e (d) micrografia da superfície de fratura de um LWA sinterizado a 1250 °C. Adaptado, Souza (2019).

3.1.2 Obtenção de LWAs com propriedades ideais

O processo de concepção de um LWA artificial é complexo, uma vez que depende de diversos fatores, como, por exemplo: a composição granulométrica, química, mineralógica e microestrutural das matérias-primas, a formulação, homogeneização e conformação das misturas e a metodologia de sinterização adotada (Cheeseman *et al.*, 2005), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019). De acordo com a literatura publicada, a metodologia mais empregada para obtenção de LWAs, busca atingir as propriedades desejadas durante o processo de sinterização, a partir da expansão do grânulo e da formação de poros após a decomposição de compostos (Cheeseman *et al.*, 2005), (Quina *et al.*, 2014), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

De modo geral, ao se projetar a expansão do LWA é possível modificar sua densidade, absorção de água e resistência mecânica, adaptando o material para as mais diversas aplicações (Dondi *et al.*, 2016). Normalmente, a expansão dos LWAs ocorre a partir do aquecimento dos grânulos até o ponto de fusão. Neste instante, a formação de gases e a deformação piropástica devem ocorrer de forma simultânea (Quina *et al.*, 2014). Nesse contexto, Dondi *et al.* (2016), afirmam que para uma dada temperatura de sinterização, existem três condições necessárias para se obter inchaço em LWAs: (a) produzir uma quantidade de fase líquida capaz de transformar o grânulo em uma massa viscosa, (b) ocorrer o desenvolvimento de bolhas de gás e (c) obter uma fase líquida com viscosidade adequada para retenção e crescimento de bolhas de gás.

O fenômeno de expansão de LWAs pode ser compreendido a partir de algumas imagens microscópicas, capturadas por Quina *et al.* (2014), durante a sinterização de uma amostra de argila (Figura 3).

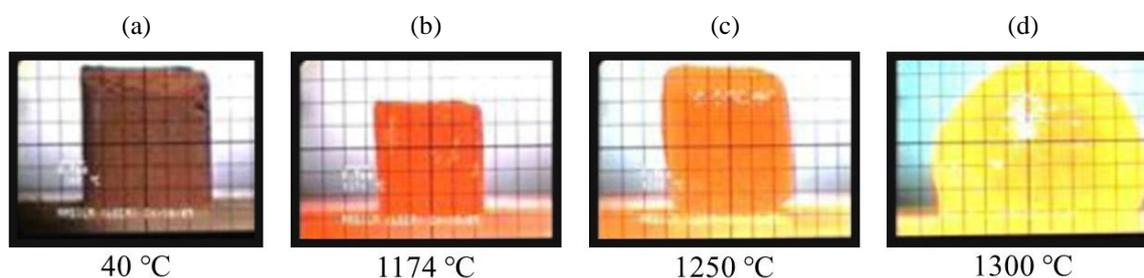


Figura 3 - Micrografias capturadas durante a sinterização de uma amostra de argila a: (a) 40 °C, (b) 1174 °C, (c) 1250 °C e (d) 1300 °C. Adaptado, Quina *et al.* (2014).

Neste trabalho, a amostra foi sinterizada a uma temperatura inicial de 40 °C, em uma rampa de aquecimento de 10 °C/min. (Figura 3a). Conforme a Figura 3b, a 1174 °C, verifica-se uma notória redução das dimensões da amostra. Esta densificação pode ser atribuída à formação de fase líquida durante a sinterização. Com a elevação da temperatura até 1250 °C (Figura 3c), percebe-se um aumento na área de projeção da amostra. Neste instante, é possível supor que a fusão, a piroplasticidade e a formação de gases ocorreram simultaneamente. Por fim, o inchamento máximo da amostra é notado a uma temperatura de aproximadamente 1300 °C (Figura 3d).

A partir de uma revisão extensiva sobre o processo de formulação de LWAs é possível perceber que, na maioria dos casos, os esquemas de previsão de inchaço são projetados empiricamente, mediante uma análise comparativa com as propriedades da argila expansível, diferenciando as amostras entre expansível e não expansível (Riley, 1951), (Cougny, 1990), (Dondi *et al.*, 2016), (Souza, 2019). A seguir são apresentados os principais métodos para elaboração de agregados leves.

3.1.2.1 Esquema de Riley

Dentre os métodos empregados para formulação de LWAs, o mais utilizado em pesquisas científicas é o esquema de Riley (Riley, 1951). O método em questão descreve uma configuração química e mineralógica ideal para obtenção de amostras expansivas. Segundo o autor, para ocorrer o inchaço é necessário que: (a) a composição química da amostra proporcione a formação de uma massa com viscosidade adequada para o aprisionamento de gases e (b) a mineralogia do material permita a dissociação e liberação de gases durante o derretimento viscoso da amostra. Nesse contexto, a primeira condição

para o inchaço é que a composição química da amostra se situe dentro da região expansível do diagrama ternário de Riley, conforme Figura 4.

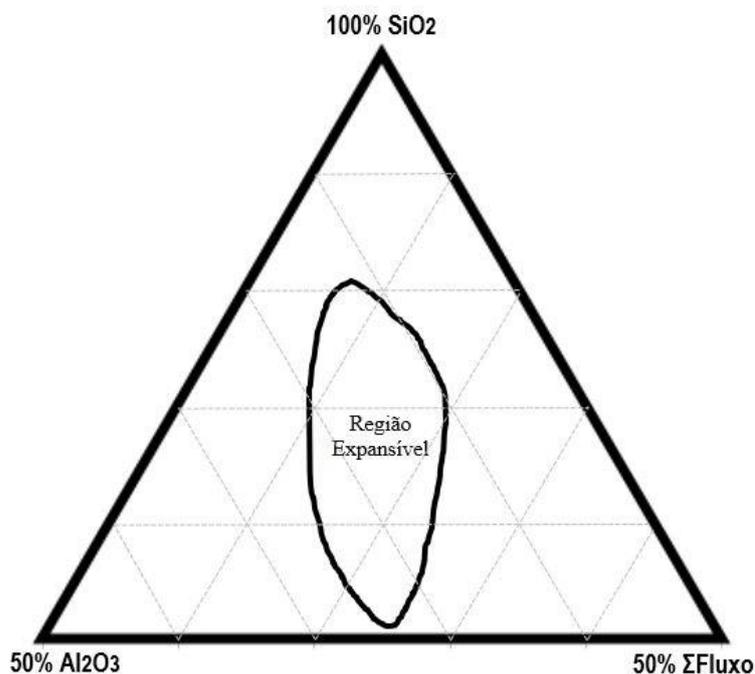


Figura 4 - Diagrama ternário de Riley. Adaptado, Riley (1951).

A expansão dos grânulos durante a sinterização é fortemente influenciada pela composição química da amostra, principalmente pelo teor de SiO_2 , Al_2O_3 e Σ Fluxo dos óxidos fundentes (Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO e MgO). Segundo Liu *et al.* (2018b), o uso de quantidades adequadas de SiO_2 e Al_2O_3 permite que o material possa formar um corpo com viscosidade suficiente para o aprisionamento dos gases, favorecendo o inchaço e a formação de poros isolados. Por outro lado, os teores dos óxidos fundentes, citados anteriormente, podem modificar o ponto de fusão da amostra, afetando assim a faixa de temperatura onde ocorre a deformação pirolástica (Dondi *et al.*, 2016), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

Diversos estudos bem-sucedidos utilizaram a teoria de Riley como ponto de partida para suas formulações. Em alguns casos, os pesquisadores transformaram o diagrama ternário em limites extraídos dos três parâmetros, resultando nas seguintes faixas expansíveis: (a) SiO_2 de 48 a 70%, (b) Al_2O_3 de 8 a 25% e (c) Σ Fluxo de 4,5 a 31%. (González-Corrochano *et al.*, 2009), (Quina *et al.*, 2014), (Souza, 2019). No trabalho conduzido por González-Corrochano *et al.* (2009), uma das misturas elaboradas apresentou a seguinte composição química: SiO_2 de 53,35%, Al_2O_3 de 14,79% e Σ Fluxo de 18,78%. Segundo os autores, esta formulação alcançou um inchaço de quase 5% quando sinterizada a 1200 °C.

Em um estudo recente, Nguyen *et al.* (2021) produziram agregados leves a base de resíduos de construção e demolição e outros subprodutos industriais. Nesta pesquisa, a proporção das misturas também foi realizada a partir do diagrama ternário de Riley (1951). Além disso, todas as misturas elaboradas apresentaram uma composição química dentro da região expansiva. Segundo os autores, todos os resíduos testados podem ser aplicados na produção de LWAs, principalmente o pó de tijolo e a cinza volante, pois apresentaram maior capacidade de inchaço que os demais materiais avaliados.

De acordo com Riley (1951), obter ou elaborar materiais com composição química dentro da região expansível não assegura a expansão da amostra, pois atende somente uma das duas condições impostas para o inchaço. Dessa forma, a presença de constituintes minerais capazes de produzir gases na temperatura adequada também é fundamental para a expansão dos grânulos. Segundo Ayati *et al.* (2018), a combustão de matéria orgânica, a decomposição térmica de carbonatos e a dissociação ou redução de óxidos férricos são algumas das principais fontes de geração de gases em minerais argilosos. Os autores também destacam algumas fases mineralógicas que podem favorecer o inchaço, das quais é possível citar: anortita, calcita, caulinita, clorita, esmectita, illita, feldspato, muscovita, quartzo e vermiculado.

Souza (2019), produziu LWAs a base de resíduo de scheelita, lodo de esgoto e cinza da casca do arroz. Neste trabalho, a composição mineralógica de algumas amostras exerceu forte influência sobre o comportamento de inchaço. Além disso, a elevação dos teores de resíduo de scheelita, rico em anortita e biotita, resultou na obtenção de amostras mais expansíveis. De acordo com o autor, a anortita atuou de forma semelhante ao SiO_2 e Al_2O_3 , auxiliando na formação da fase líquida e na captura de gases. Por sua vez, a biotita foi apontada como a principal responsável pela formação dos gases que provocaram a expansão da amostra. Outros relatos demonstram que a presença de alguns minerais também influenciam algumas propriedades físicas das amostras, principalmente a resistência mecânica (Ayati *et al.*, 2018).

No entanto, alguns estudos questionam a confiabilidade do esquema de previsão de inchaço proposto por Riley (1951). Em uma nova pesquisa, Liu *et al.* (2022) avaliaram o desempenho de agregados leves elaborados com resíduos de vidro e lama. Neste estudo, todas as amostras produzidas apresentaram composição química fora da região expansível. Apesar disso, os resultados demonstraram que houve inchaço dos grânulos quando comparados aos respectivos espécimes crus. De forma análoga, várias amostras elaboradas

por Souza (2019), também situadas fora da região expansível, apresentaram inchaço após a etapa de sinterização.

Dondi *et al.* (2016) analisaram a confiabilidade de alguns esquemas de previsão de inchaço utilizados na formulação de LWAs. Os resultados apontaram que, para uma determinada classe de LWAs, a taxa de assertividade do diagrama de Riley foi de aproximadamente 64%. Segundo os autores, os dados da revisão sistemática também mostraram que, para esta mesma classe de LWAs, a taxa de confiabilidade do esquema proposto por Cougny (1990) foi de aproximadamente 78%. Para muitos pesquisadores, este esquema é visto como um método complementar à teoria de Riley (1951).

3.1.2.2 Esquema de Cougny

Em 1990, o pesquisador Gerard Cougny publicou um trabalho dedicado à especificação de matérias-primas adequadas para fabricação de LWAs. Neste artigo, o autor enaltece o trabalho proposto por Riley (1951), ao afirmar que a utilização de um diagrama ternário é bastante favorável ao processo de previsão de inchaço, uma vez que a análise individual dos elementos químicos presentes na amostra torna o processo extremamente complexo. No entanto, de acordo com Cougny (1990), além da obtenção de uma composição química e mineralógica ideal, existem outras condições básicas para a expansão das amostras. Em acréscimo ao trabalho proposto por Riley (1951), Cougny (1990) destacou a necessidade de avaliação da granulometria da amostra e do seu respectivo teor de Fe_2O_3 (Lee *et al.*, 2021).

Segundo Cougny (1990), os óxidos de ferro desempenham um papel fundamental no mecanismo de inchaço. De acordo com o autor, a matéria-prima utilizada para fabricação de agregados leves deve conter, em seu estado natural, quantidades suficientes de ferro, caso contrário, tal componente químico deve ser adicionado durante a mistura. Dondi *et al.* (2016), afirmam que, para teores de Fe_2O_3 maiores que 5% em massa, o mecanismo de inchaço pode ser potencializado, devido a uma reação de redução do óxido de ferro com materiais carbonosos ou orgânicos. Para Lee *et al.* (2021), o teor ideal de Fe_2O_3 varia de 7,7 a 12,3%. Segundo os autores, com esta quantidade de ferro é possível garantir a reação de oxidação e, ao mesmo tempo, evitar o derretimento da amostra.

O trabalho de Cougny (1990) também estabeleceu critérios de tamanho de partícula para as matérias-primas. Conforme o autor, uma granulometria adequada pode auxiliar na captura dos gases liberados e melhorar a trabalhabilidade da mistura. Nesse contexto, percebe-se a necessidade da elaboração de uma amostra com granulometria contínua, onde

as partículas mais finas favorecem a cinética de sinterização e a retenção de gases e os grãos mais grossos favorecem a etapa de homogeneização da amostra (Dondi *et al.*, 2016). A Figura 5 apresenta a faixa de granulometria ideal para expansão, proposta por Cougny (1990). Segundo o autor, o inchaço dos grânulos pode ocorrer em misturas com granulometria fora da região preestabelecida, no entanto, isto pode prejudicar a qualidade do material produzido.

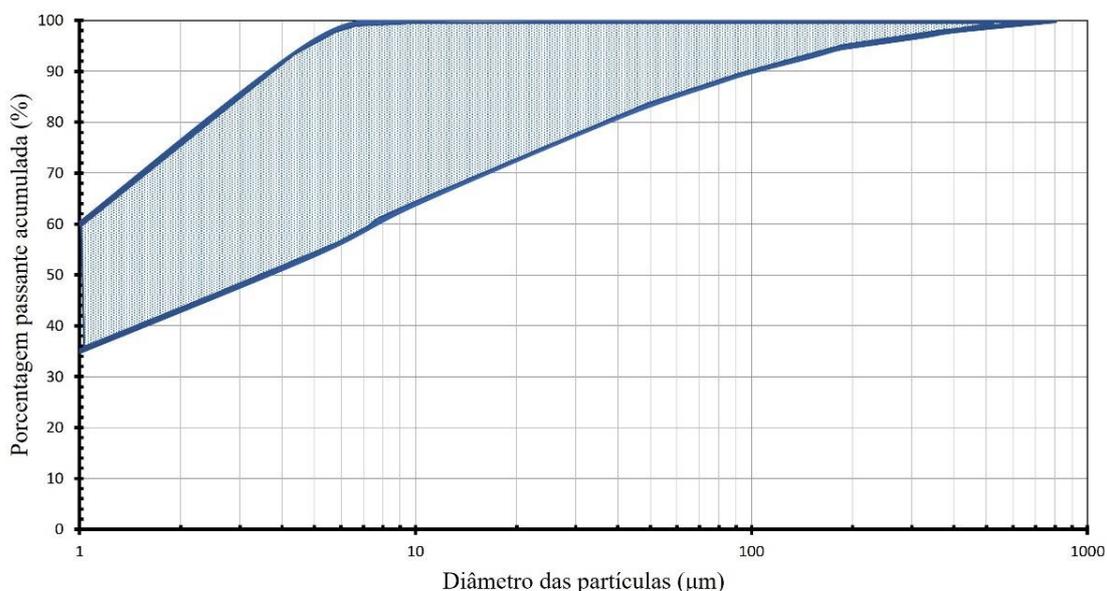


Figura 5 - Faixa granulométrica ideal para expansão. Adaptado, Cougny (1990).

Fakhfakh *et al.* (2007) avaliaram a influência da adição de areia na produção de LWAs. Neste estudo, uma areia quartzosa com diâmetros de 40 a 250 μm foi adicionada às misturas a base de rochas argilosas ricas em esmectita, visando obter exemplares com granulometria dentro da área proposta por Cougny (1990). Os autores afirmam que a correção no tamanho de partículas resultou na dispensa ou, no mínimo, diminuição do pré-tratamento térmico e na formação de uma maior quantidade de gases.

Moreno-Maroto *et al.* (2017) fabricaram 23 tipos distintos de LWAs a partir de misturas de argilas, resíduo de mármore e granito, cinzas volantes, óleo de motor usado e lodo de esgoto. Neste estudo, a distribuição do tamanho de partícula das misturas foi analisada em relação aos limites granulométricos propostos por Cougny (1990). Os dados de caracterização apontaram que nenhuma das amostras avaliadas atendeu integralmente os limites preestabelecidos. Tal fato foi apontado pelos autores como uma das razões da dificuldade de expansão identificada nas amostras.

3.1.3 Agregados leves elaborados com resíduos

O aproveitamento de resíduos como matéria-prima para fabricação de agregados leves vem sendo frequentemente analisado em pesquisas científicas. Segundo Dondi *et al.* (2016), o interesse por esta aplicação é crescente e fortemente influenciado pela busca por tecnologias mais sustentáveis. De acordo com os autores, nas últimas décadas, a taxa de publicação de artigos sobre o tema saltou de 2 para até 20 trabalhos publicados por ano. Estudos bem-sucedidos vêm apontando que a produção de LWAs possui um elevado potencial para incorporação de resíduos (Ayati *et al.*, 2018), (Świerczek *et al.*, 2018). Na literatura publicada, já é possível identificar uma extensa gama de resíduos utilizados em LWAs, como, por exemplo: cinzas volantes, lodo de esgoto, rejeitos de mineração e pedreiras, serragem, resíduos de vidro e sedimentos de reservatórios (Dondi *et al.*, 2016), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

Ducman *et al.* (2002) desenvolveram um agregado leve à base de resíduos de vidro. Neste trabalho, as misturas foram sinterizadas em um forno rotativo a 880 °C. Os resultados apontaram que os resíduos de vidro agiram como agente expansivo em temperaturas acima de 750 °C. As amostras elaboradas apresentaram índices de densidade aparente e absorção de água de 0,18 kg/m³ e 11% em massa, respectivamente.

López-García *et al.* (2022) utilizaram resíduos de lã mineral para fabricar agregados leves. Neste trabalho, a quantidade de argila adicionada foi limitada a apenas 20% da massa da mistura, sendo a formulação completada com resíduos de lã de rocha ou lã de vidro. De acordo com os autores, as propriedades dos LWAs fabricados eram semelhantes às características encontradas em agregados leves comerciais. Além disso, a utilização de lã de vidro resultou na diminuição da temperatura de sinterização da amostra. No entanto, a baixa plasticidade do resíduo dificultou o processo de pelotização dos grânulos.

O potencial do lodo de esgoto, do pó de cortiça, da borra de café e da casca de noz, como agente promotor de expansão para LWAs foi investigado por Cobo-Ceacero *et al.* (2023). Neste estudo, os resíduos citados foram adicionados em proporções de apenas 2,5% em massa. Os resultados apontaram que a inclusão de qualquer um destes resíduos orgânicos proporcionou ganhos de inchaço na amostra. Além disso, a adição desses materiais reduziu a temperatura de sinterização das amostras em até 50 °C.

3.2 Resíduo da cerâmica vermelha (RCW)

O uso de materiais cerâmicos é uma prática comum na engenharia. A abundância de suas matérias-primas na crosta terrestre favorece sua aplicação. Contudo, a utilização desordenada deste material, normalmente, resulta em severos impactos ambientais. Os processos de urbanização e industrialização vêm potencializando o esgotamento dos recursos naturais (Sarkar; Dana, 2021) e a geração de resíduos (Pitarch *et al.*, 2021). Nesse contexto, diversos pesquisadores vêm se debruçando sobre o tema, na busca de soluções que possam potencializar a preservação dos recursos naturais e reduzir os impactos ambientais (Lasseguette *et al.*, 2019), (Fiala *et al.*, 2020), (Sarkar; Dana, 2021), (Pitarch *et al.*, 2021), (Tremiño *et al.*, 2021).

A grande parcela dos resíduos cerâmicos são gerados a partir de construções e demolições (RCD) ou de peças fabricadas com defeitos (Pitarch *et al.*, 2021). Além disso, a fragilidade dos materiais cerâmicos contribui para a geração destes resíduos (Ray *et al.*, 2021). Segundo Ray *et al.* (2021), o resíduo da cerâmica vermelha (RCW) é um dos principais subprodutos gerados por materiais cerâmicos. Este resíduo é, normalmente, obtido a partir de blocos, tijolos e telhas confeccionados exclusivamente com pastas de argila vermelha. Estima-se que quase um terço da produção mundial de cerâmica é desperdiçada diariamente, devido à elaboração de peças defeituosas (Ray *et al.*, 2021). Isto reforça a necessidade de estudo sobre possíveis métodos de reutilização deste resíduo.

A partir da literatura publicada, percebe-se que muitas pesquisas vêm sendo realizadas com o intuito de encontrar uma solução sustentável para a questão do resíduo da cerâmica vermelha. Estudos bem-sucedidos relatam a utilização deste subproduto: (a) em geopolímeros (Wong *et al.*, 2020), (Sarkar; Dana, 2021), (b) como material pozolânico (Ma *et al.*, 2020), (Pitarch *et al.*, 2021), (c) como substituto do cimento (Robayo *et al.*, 2016), (Lasseguette *et al.*, 2019), (d) como carga em blocos acústicos (Fiala *et al.*, 2020), (e) em pastas, argamassas e/ou concretos (Ameri *et al.*, 2019), (Hwang *et al.*, 2019), (f) como agregado reciclado (Dang *et al.*, 2018), (Awoyera *et al.*, 2018) e (g) como material adsorvente (Santos *et al.*, 2017). Entretanto, não foram encontrados testes sobre a aplicação do RCW em LWAs expansíveis.

Nos últimos anos, diversos subprodutos foram testados na fabricação de agregados leves (Soltan *et al.*, 2016), (Lyra *et al.*, 2019), (Souza *et al.*, 2020), (Souza *et al.*, 2021). Estudos bem-sucedidos apontam que esta técnica demonstra um elevado potencial para incorporação de resíduos (Świerczek *et al.*, 2018), (Souza *et al.*, 2021). O uso de LWAs em obras e serviços de engenharia está cada dia mais comum. Suas propriedades de densidade,

absorção de água e resistência mecânica favorecem sua utilização em um vasto campo de aplicações. Contudo, a fabricação de LWAs também resulta do consumo de recursos naturais (Souza, 2019). Assim, percebe-se uma forte sinergia entre as problemáticas do RCW e dos LWAs.

As perspectivas de utilização do RCW na fabricação de agregados leves foram avaliadas a partir de uma revisão abrangente da literatura e de uma análise comparativa com as características exigidas à argila expansível. Se o RCW puder ser transformado em um produto comercial, tal solução irá beneficiar o meio ambiente, preservando os recursos naturais e reduzindo a disposição do resíduo em aterros, além de promover avanços tecnológicos.

3.3 Características e Potencialidades do RCW na fabricação de LWAs

3.3.1 Fontes, Beneficiamento e Granulometria

De modo geral, os resíduos cerâmicos são obtidos de duas fontes principais: (a) Indústria cerâmica, proveniente de materiais fora das especificações técnicas, e (b) Resíduos de construção e demolição (RCD). Em muitos estudos, o resíduo coletado foi submetido à trituração e/ou moagem e em seguida peneirado, resultando em um material de granulometria fina (Dang *et al.*, 2018), (Hwang *et al.*, 2019), (Ameri *et al.*, 2020), (Zhang *et al.*, 2021). Isto sugere uma necessidade de beneficiamento do resíduo para adequação na produção de LWAs.

A dimensão de partículas e a superfície específica das amostras têm um papel fundamental na obtenção de LWAs expansíveis, interferindo na cinética de sinterização e no aprisionamento dos gases (Cougny, 1990). Em muitas pesquisas, as amostras utilizadas apresentaram elevada área superficial e partículas inferiores a 150 μm . Isto favorece o fenômeno de inchaço em LWAs sinterizados (Cougny, 1990). O resíduo testado por Tremiño *et al.* (2021) apresentou diâmetros inferiores a 75 μm e uma área superficial de aproximadamente 6,49 m^2/g . Neste estudo, a distribuição do tamanho de partícula demonstra forte correlação com os parâmetros delimitados por Cougny (1990). A aplicação de um material com tais características pode potencializar os ganhos de resistência e a redução da absorção de água dos LWAs sinterizados.

3.3.2 Composição química

A composição química da matéria-prima é um parâmetro normalmente utilizado na previsão de inchaço de agregados leves. Independente do material utilizado, é comum desenvolver misturas com características semelhantes à da argila expansiva (Riley, 1951), (Souza, 2019). Em muitos casos, a fusão de materiais argilosos resulta na formação, simultânea, de fase líquida e de bolhas de gás. Quando a fase líquida formada possui uma viscosidade apropriada ao aprisionamento destes gases, ocorre a expansão da amostra. Todos estes fatores são fortemente influenciados pela concentração dos óxidos inorgânicos SiO_2 e Al_2O_3 e dos óxidos fundentes (Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO e MgO) presentes na amostra (Riley, 1951), (González-Corrochano *et al.*, 2011).

Dondi *et al.* (2016) destacam que muitas pesquisas utilizaram os parâmetros de Riley (1951) durante a previsão de inchaço dos LWAs fabricados. Este esquema busca formular amostras com composição química que favoreçam a obtenção de uma massa de viscosidade adequada para a captura dos gases. Isto é normalmente possível em formulações que contenham os seguintes constituintes químicos: (a) 48 a 70% de SiO_2 , (b) 8 a 25% de Al_2O_3 e (c) 4,5 a 31% Σ Fluxo ($\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} + \text{CaO} + \text{MgO}$) (Riley, 1951). Souza (2019) reforça a relevância deste esquema ao demonstrar que a única argila expandida produzida no Brasil possui uma composição química a granel dentro da área de inchaço de Riley (1951).

Os dados de composição química do RCW, extraídos de 27 estudos distintos, são apresentados na Tabela 2. Em todas as amostras, o constituinte principal foi sempre o SiO_2 , com taxas de concentração variando de 41,5 a 72,8%. Segundo Lau *et al.* (2018), um alto teor de sílica favorece a formação de uma fase líquida com elevada viscosidade, o que potencializa o desenvolvimento de bolhas de gás no interior da amostra. Os teores de Al_2O_3 e de Σ Fluxo variaram de 10,6 a 39,1% e de 6,3 a 40,2%, respectivamente. Ayati *et al.* (2018) destacam que o teor de Σ Fluxo exerce forte influência sobre a temperatura de fusão da amostra.

Conforme a Tabela 2, em 19 das 27 pesquisas analisadas (70,4%) o resíduo de cerâmica vermelha atendeu integralmente aos parâmetros de composição química propostos por Riley (1951). O pó de tijolo de argila, testado como substituto parcial do cimento (Shao *et al.*, 2021), e o resíduo cerâmico utilizado como carga em blocos acústicos (Fiala *et al.*, 2020), apresentaram uma composição química bem semelhante à do agregado comercial relatado por Souza (2019). Assim, percebe-se uma forte semelhança do RCW com a argila expansiva. Isto denota um elevado potencial para produção de LWAs a base deste resíduo.

Tabela 2 - Composição química do RCW

Referências	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	Na₂O	K₂O	Outros
Sarkar; Dana, 2021	63,43	20,22	6,40	0,66	3,13	0,98	3,96	1,22
Pitarch <i>et al.</i> , 2021	49,90	16,60	6,50	9,70	5,50	0,00	4,40	7,40
Martín <i>et al.</i> , 2018	50,60	11,00	4,40	23,80	2,00	0,50	2,10	5,60
Tremiño <i>et al.</i> , 2021	41,47	39,05	12,73	0,63	0,00	0,00	2,81	3,31
Lasseguette <i>et al.</i> , 2019	60,50	26,90	6,40	1,00	1,40	0,20	1,90	1,70
Fiala <i>et al.</i> , 2020	63,50	20,40	4,80	4,20	1,80	1,10	2,50	1,70
Mendes <i>et al.</i> , 2021	69,80	17,30	6,10	0,40	1,50	0,40	2,60	1,90
Shao <i>et al.</i> , 2021	63,60	18,60	9,11	1,65	1,28	0,00	1,82	3,94
Jerônimo <i>et al.</i> , 2018	51,90	16,20	16,40	3,50	1,10	0,40	4,80	5,70
Carrillo-Beltran <i>et al.</i> , 2021	56,35	14,96	6,07	9,15	3,05	0,60	4,52	5,31
Ameri <i>et al.</i> , 2019	46,52	10,62	4,29	24,48	8,56	1,02	1,84	2,67
Zhang <i>et al.</i> , 2021	60,28	12,89	5,47	14,03	1,45	1,43	2,42	2,03
Hwang <i>et al.</i> , 2019	61,25	17,00	1,67	11,34	1,62	2,04	3,30	1,78
Ameri <i>et al.</i> , 2020	63,29	18,29	4,32	4,46	0,72	0,75	2,18	5,99
Dang <i>et al.</i> , 2018	67,18	14,94	6,26	6,43	0,00	0,00	2,73	2,46
Meesak; Sujjavanich, 2019	72,80	15,14	7,79	0,80	0,00	0,00	2,25	1,22
Martín <i>et al.</i> , 2018b	51,40	11,20	4,40	24,10	2,10	0,60	2,10	4,10
Hwang <i>et al.</i> , 2019b	61,25	17,00	1,67	11,34	1,62	2,04	3,30	1,78
Li <i>et al.</i> , 2021	60,56	17,16	3,46	10,70	1,78	0,00	2,50	3,84
Geraldo <i>et al.</i> , 2018	63,50	12,06	10,94	1,18	1,55	0,00	6,21	4,56
Wong <i>et al.</i> , 2020	69,17	17,79	7,51	0,32	1,08	0,19	2,69	1,25
Juan-Valdes <i>et al.</i> , 2021	59,63	18,51	5,92	4,78	3,12	0,73	3,59	3,72
Tang <i>et al.</i> , 2020	72,62	15,01	5,65	1,09	0,86	0,59	2,62	1,56
Awoyera <i>et al.</i> , 2018	63,10	14,00	6,95	3,92	1,96	0,00	2,01	8,06
Reig <i>et al.</i> , 2016	49,90	16,60	6,50	9,70	5,50	0,50	4,40	6,90
Santos <i>et al.</i> , 2017	56,46	35,72	4,25	0,26	0,48	0,00	1,32	1,51
Robayo <i>et al.</i> , 2016	65,92	20,08	9,10	0,73	0,86	0,44	0,97	1,90

Além disso, em outros 6 estudos (22,2%) os constituintes químicos dos materiais testados obedeceram a 2 dos 3 requisitos de argila expansiva. Destes, os resíduos de tijolos usados em testes de carbonatação (Martín *et al.*, 2018), a cerâmica em pó usada em substituição ao cimento (Lasseuguet *et al.*, 2019) e o pó de tijolo residual, testado como material cimentício suplementar (Tang *et al.*, 2020) apresentaram, respectivamente, teores de SiO₂, Al₂O₃ e Σ Fluxo bem próximos dos limites máximos estipulados (Riley, 1951).

3.3.3 Mineralogia

A mineralogia da amostra também exerce uma forte influência no processo de expansão dos LWAs. A decomposição de alguns minerais resulta na formação de gases, que, quando liberados durante o derretimento viscoso, podem ser aprisionados pela fase líquida (Riley, 1951). Riley (1951) afirma que até mesmo argilas com constituintes químicos adequados só resultaram em inchaço se contiverem minerais capazes de produzir gás durante a deformação pirolástica. Por isso, a avaliação da mineralogia da amostra é vista como condição básica para a produção de LWAs expansíveis (Riley, 1951).

A Tabela 3 apresenta um resumo da composição mineralógica do resíduo de cerâmica vermelha investigado por 25 estudos distintos. A fase de quartzo, encontrada em todas as amostras, é o principal componente do resíduo cerâmico. O quartzo pode potencializar o aprisionamento dos gases, pois interfere na viscosidade da amostra. Contudo, tal mineral, aparentemente, não possui potencial para liberação de gases nas faixas de temperatura onde normalmente ocorre o derretimento viscoso dos LWAs (Souza, 2019).

Além do quartzo, outras fases mineralógicas foram identificadas. A hematita foi encontrada em 12 dos 25 materiais testados (48%). Segundo Riley (1951), a dissociação de hematita em magnetita pode provocar o inchaço, pois libera oxigênio. Em 36% dos estudos, o resíduo cerâmico apresentou fases de albita. A produção de gases, advindos da decomposição da albita, ainda não foi relatada em estudos ligados à fabricação de LWAs. Contudo, a presença deste mineral pode favorecer o ganho de resistência da amostra, quando da sua decomposição em cianita ou mulita (Liu *et al.*, 2018). A fase anortita foi identificada em 28% das pesquisas. Segundo Ayati *et al.* (2018), a anortita pode auxiliar na formação de uma matriz da aluminossilicato suficientemente viscosa. A muscovita e a ilita foram encontradas em 20% e 16% dos estudos, respectivamente. A dissociação da estrutura cristalina destes argilominerais resulta na produção de gases e, normalmente, coincide com o derretimento viscoso das amostras (Riley, 1951), (Souza, 2019).

Tabela 3 - Composição mineralógica do RCW

Referências	Composição Mineralógica
Sarkar; Dana, 2021	Quartzo, Ilita, Muscovita
Pitarch <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Albita, Microclina, Rankinita
Martín <i>et al.</i> , 2018a	Quartzo, Diopsídio, Wolastonita, Ortoclásio, Anidrita
Tremiño <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Ilita, Hematita
Lasseguette <i>et al.</i> , 2019	Quartzo, Albita, Anortita, Wolastonita, Enstatita, Mulita
Fiala <i>et al.</i> , 2020	Quartzo, Microclina, Andesina, Hematita, Muscovita, Anidrita
Mendes <i>et al.</i> , 2021	Quartzo
Shao <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Hematita, Feldspato
Carrillo-Beltran <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Feldspato, Muscovita
Ameri <i>et al.</i> , 2019	Quartzo, Alumina
Zhang <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Microclina, Hematita, Ilita
Hwang <i>et al.</i> , 2019a	Quartzo, Albita, Anortita, Hematita
Ameri <i>et al.</i> , 2020	Quartzo, Zeolita
Dang <i>et al.</i> , 2018	Quartzo, Calcita, Albita, Anortita
Martín <i>et al.</i> , 2018b	Quartzo, Anidrita, Wolastonita, Cristobalita, Ortoclásio, Albita, Diopsídio
Hwang <i>et al.</i> , 2019b	Quartzo, Albita, Anortita, Hematita
Li <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Feldspato, Hematita
Geraldo <i>et al.</i> , 2018	Quartzo, Albita, Rutilo
Wong <i>et al.</i> , 2020	Quartzo
Juan-Valdes <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Ilita, Ortoclásio, Anortita, Calcita, Dolomita, Hematita
Ma <i>et al.</i> , 2020	Quartzo
Tang <i>et al.</i> , 2020	Quartzo, Hematita, Rutilo, Moganita
Awoyera <i>et al.</i> , 2018	Quartzo, Calcita, Albita, Anortita, Hematita
Santos <i>et al.</i> , 2017	Quartzo, Caulinita, Hematita, Muscovita
Robayo <i>et al.</i> , 2016	Quartzo, Muscovita, Albita, Anortita, Hematita

Na maioria dos estudos, o resíduo cerâmico utilizado apresentou, no mínimo, um mineral com potencial para produção de gases. Juan-Valdes *et al.* (2021) reaproveitaram o pó de tijolo cerâmico como material pozolânico adicionado ao cimento. Neste resíduo foram identificados 4 minerais com capacidade de formar gases: ilita, calcita, dolomita, hematita (Riley, 1951), (Souza, 2019). Santos *et al.* (2017) aplicaram argila chamotte como material

adsorvente para purificação de biodiesel. Os resultados das análises de DRX demonstram que o material testado possui 3 minerais com constituintes adequados para formação de gases durante o derretimento viscoso: a caulinita, a hematita e a muscovita (Riley, 1951), (Souza, 2019).

A sistematização dos dados mineralógicos do RCW permite supor que tal resíduo possui um elevado potencial para elaboração de agregados leves expansíveis. Em muitos casos, o resíduo testado apresentou um conjunto de minerais com constituintes capazes de controlar a viscosidade da fase líquida e, ao mesmo tempo, auxiliar na formação de gases.

3.3.4 Perda de massa

A perda de massa durante o processo de sinterização das amostras (*LOI*) é um fator importante para obtenção de agregados com baixa densidade. Além da diminuição da massa, a decomposição de constituintes da amostra, muitas vezes, resulta na formação de gases. Souza (2019) lista uma série de reações capazes de promover perda de massa e liberação de gases, de forma simultânea. O autor destaca, por exemplo, a descarbonatação de carbonato de cálcio, a decomposição da dolomita, a dissociação dos argilominerais e as reações do óxido férrico. Os dados de perda de massa, encontrados para o RCW, estão representados na Figura 6.

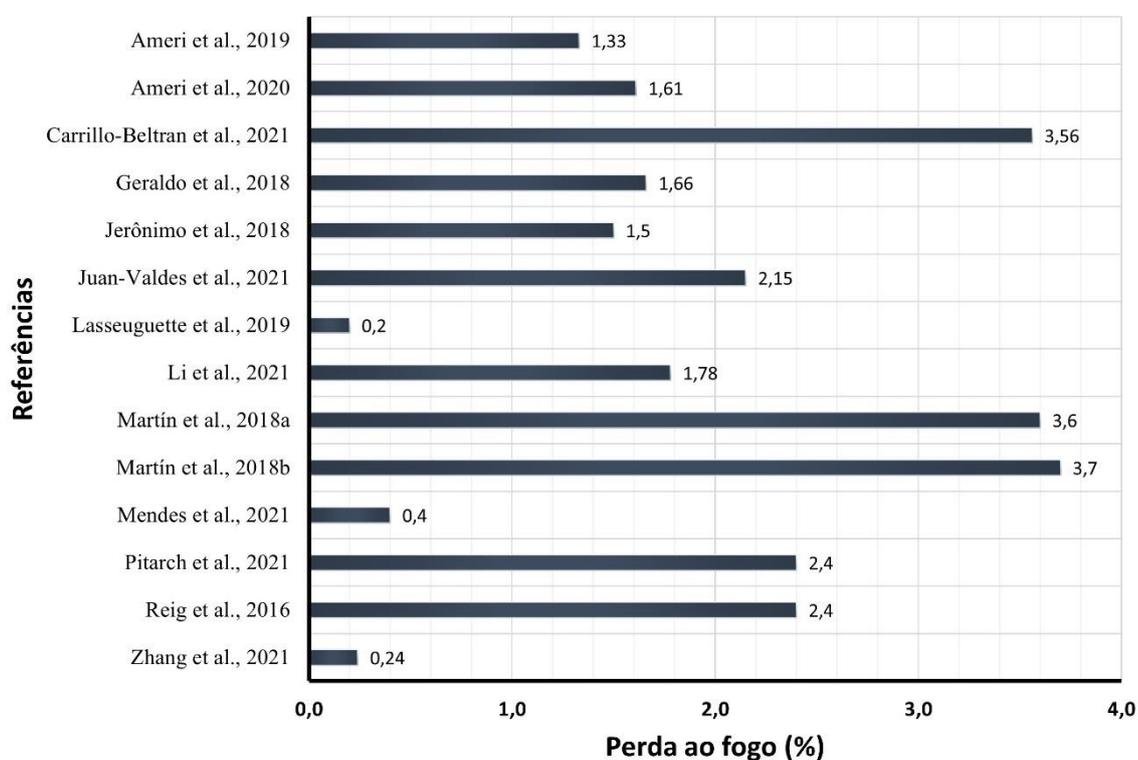


Figura 6 - Perda de massa do RCW

De modo geral, a *LOI* encontrada é relativamente baixa, variando de 0,2 a 3,7% (Lasseguette *et al.*, 2019), (Martín *et al.*, 2018b). Isto ocorre devido à pequena diferença entre as temperaturas adotadas durante o processo de fabricação dos componentes cerâmicos e os testes de perda de massa. Alguns estudos relatam que os componentes que originaram o resíduo cerâmico testado foram queimados em uma faixa de temperatura de 800 a 900 ° C (Martín *et al.*, 2018a), (Martín *et al.*, 2018b). Carrillo-Beltran *et al.* (2021) expõe que a confecção de tijolos cerâmicos, normalmente, ocorre por meio de cozimento em temperaturas superiores a 850 ° C e inferiores a 950 ° C. Em contrapartida, os testes de perda de massa, comumente, utilizaram um patamar de temperatura de aproximadamente 1000 ° C (Martín *et al.*, 2018b), (Pitarch *et al.*, 2021), (Li *et al.*, 2021).

Ameri *et al.* (2019) afirmam que a fabricação do agregado leve comercial LECA ocorre em fornos rotativos, a uma faixa de temperatura de aproximadamente 1200 ° C. LWAs sustentáveis, elaborados por Souza (2019) demonstraram um significativo inchaço, quando sinterizados em temperaturas de até 1250 ° C. A decomposição de alguns minerais, as reações de impurezas de sulfeto e a dissociação da ilita, são algumas das reações apontadas pelo autor como responsáveis pela expansão da amostra, devido à liberação de gases. Assim, é possível supor que a sinterização de amostras à base do RCW, em temperaturas superiores a 1000 ° C, tende a promover uma elevação nos índices de perda de massa e consequentemente uma maior formação de gases no interior da amostra.

3.3.5 Microestrutura

Características microestruturais das matérias-primas, como textura superficial, formato, tamanho das partículas e porosidade, podem interferir de forma significativa no desempenho dos LWAs fabricados (Cougny, 1990), (Dondi *et al.*, 2016), (Chiou *et al.*, 2006). De modo geral, as imagens de MEV do RCW revelam um material poroso, de formato irregular, com dimensões variadas e superfície áspera e angular. Esta morfologia microscópica é representada na Figura 7, através de imagens adaptadas do estudo de Dang *et al.* (2018).

Hwang *et al.* (2019a), analisaram a microestrutura do pó de tijolo de argila vermelha mediante imagens de MEV. Segundo os autores, o material possuía um formato irregular e superfície porosa angular. De forma análoga, Wong *et al.* (2020) relatam que as partículas do pó de tijolo analisadas tinham um formato angular irregular e uma superfície rugosa. Estas características tendem a provocar redução da trabalhabilidade das misturas, uma vez que dificultam a lubrificação da pasta (Lynn *et al.*, 2015). No entanto, percebe-se que a

morfologia do resíduo é fortemente influenciada pelo método de moagem adotado (Ameri *et al.*, 2020).

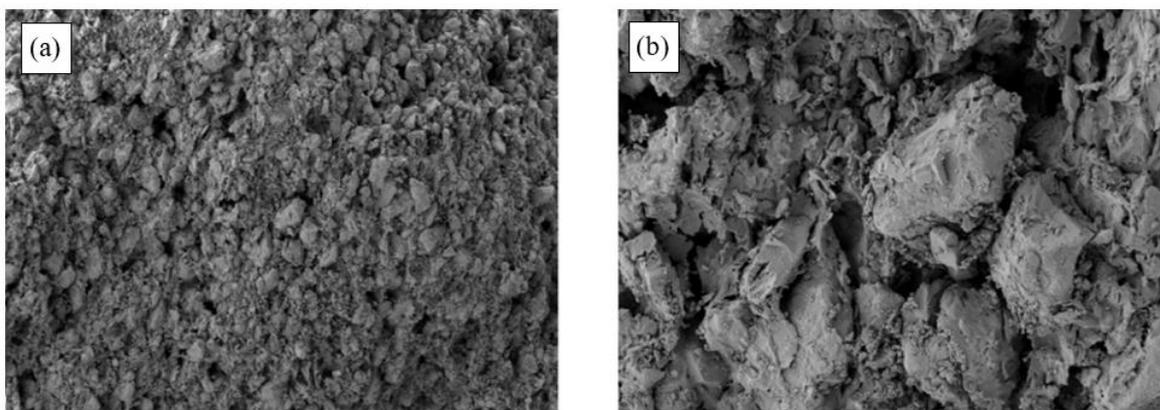


Figura 7 - Imagens de MEV do RCW, a (a) 100x, (b) 500x, Adaptado, Dang *et al.* (2018).

3.4 Diatomita

A diatomita é um material natural originado dos esqueletos fossilizados das plantas aquáticas diatomáceas. Sua composição majoritária está na forma de sílica amorfa. Os esqueletos das diatomáceas proporcionam a esta rocha sedimentar uma natureza altamente porosa, com baixa densidade e considerável inércia química. Os principais usos industriais da diatomita são como auxiliar de filtração, cargas funcionais para tintas e plásticos e como material absorvente, abrasivo ou isolante (Degirmenci; Yilmaz, 2009), (Sriram *et al.*, 2020), (Li *et al.*, 2022a), (Li *et al.*, 2022b).

As propriedades da diatomita tornam o material promissor para outras utilizações. Por isso, inúmeras pesquisas vêm testando sua aplicabilidade, inclusive no ambiente da construção civil. Ahmadi *et al.* (2018) avaliaram o efeito da substituição de cimento pelo pó de diatomita bruta durante a elaboração de argamassas cimentícias. Os resultados demonstraram que as argamassas elaboradas com até 40% de diatomita apresentaram resistência à compressão semelhante ao traço de referência. A influência do pó de diatomita calcinada nas propriedades de argamassas também foi analisada por Saridemir *et al.* (2020). Neste estudo, misturas elaboradas com até 20% de diatomita e expostas a temperaturas de até 1000°C apresentaram um desempenho melhor do que a argamassa de referência.

Wang *et al.* (2022) relatam um método de preparação de revestimentos à base de resina epóxi e diatomita. Nesta pesquisa, a mistura modificada com superhidrofóbicos foi testada na proteção contra corrosão de ligas de magnésio. Os resultados apontaram que o revestimento testado possui elevada: inércia química, resistência à abrasão, adesividade e

durabilidade. Em um estudo recente, a terra diatomácea foi utilizada na produção de agregados leves sinterizados a 650 °C (Hasan *et al.*, 2021). De acordo com os autores, os LWAs fabricados após o refino e pelotização da terra diatomácea são adequados para a produção de concreto leve estrutural.

As maiores reservas mundiais de diatomita estão nos Estados Unidos e na China, juntos estes 2 países concentram mais de 360 milhões de toneladas do material. Estima-se que as reservas lavráveis do Brasil representem cerca de 10% deste valor, estando concentradas, principalmente, nos estados da Bahia, Rio Grande do Norte, Ceará, Rio de Janeiro e São Paulo (ANM, 2017 apud Macedo, 2022). Segundo Galán-Arboledas *et al.* (2017), em 2013 a produção mundial de diatomita foi de aproximadamente 2,3 milhões de toneladas. Contudo, durante a produção e após a utilização deste material, infelizmente, ocorre a geração de resíduos ambientalmente perigosos.

3.5 Resíduo de Diatomita (DW)

Os dados encontrados na literatura apontam que uma quantidade significativa de diatomita é desperdiçada durante os processos industriais de fabricação de cerveja e de filtração de óleos vegetais, resultando na formação de “diatomita gasta” (Galán-Arboledas *et al.*, 2017), (Gong *et al.*, 2019). Outra fonte importante para geração de resíduos de diatomita provém da fabricação de diatomita de alta qualidade. Neste processo, o material com baixo teor de sílica e contendo impurezas é descartado, dando origem a “diatomita de baixo grau” (Hao *et al.*, 2019), (Sun *et al.*, 2020).

Estudos apontam que cada litro de cerveja fabricado gera cerca de 17 g de diatomita gasta. Na China, dezenas de milhares de toneladas deste resíduo são produzidas anualmente (Mei *et al.*, 2014), (Gong *et al.*, 2019). Segundo Gong *et al.* (2019), os principais riscos ecológicos e ambientais da diatomita gasta são o desperdício de recursos naturais, a emissão de CO₂ na atmosfera e a lixiviação de substâncias nitrogenadas no solo. Contudo, ainda são poucas as pesquisas ligadas à área de materiais de construção, que testaram o potencial de reaproveitamento deste resíduo.

Galán-Arboledas *et al.* (2017) utilizaram diatomita gasta, oriunda da produção de cerveja e da filtração de óleos vegetais, para fabricar tijolos cerâmicos. Neste estudo, os tijolos foram confeccionados a partir da substituição de até 10% de argila pelo resíduo de diatomita, e em seguida sinterizados em temperaturas de até 1050 °C. Os dados apresentados apontam que a adição do resíduo proporciona ganhos no isolamento térmico e redução da

densidade dos tijolos. Porém, a adição de ambos os resíduos também resultou na redução da resistência mecânica à flexão das amostras.

Acurio *et al.* (2018) analisaram o desempenho térmico de materiais de mudança de fase (PCMs) elaborados com diatomita gasta, oriunda da indústria do óleo de palma. As proporções utilizadas neste estudo variaram de 0 a 100% de resíduo. Segundo os autores, a diatomita gasta aumenta o desempenho térmico do PCM, pois compostos presentes no resíduo elevaram a temperatura de fusão e a resistência à degradação térmica das amostras.

Letelier *et al.* (2016) avaliaram as propriedades mecânicas de concretos elaborados com diatomita gasta e agregados reciclados. Nesta pesquisa, a substituição parcial do cimento pelo resíduo de diatomita foi de até 15%. Os dados apontam que uma substituição de até 5% de cimento não afeta o comportamento do concreto. Além disso, para este teor de substituição, notou-se uma maior sinergia entre a diatomita gasta e o agregado reciclado.

De forma análoga à diatomita gasta, até o presente momento, poucos estudos analisaram o potencial de reaproveitamento da diatomita de baixo grau. Além de um menor teor de sílica, a diatomita de baixo grau possui uma maior quantidade de substâncias orgânicas, metais alcalinos e alcalino-terrosos. Estas características limitam o seu uso, potencializando o descarte após a etapa de mineração (Sun *et al.*, 2013), (Man *et al.*, 2017). Como resultado, é comum encontrar o acúmulo deste resíduo nas instalações das mineradoras, conforme apresentado na Figura 8.



Figura 8 - Acúmulo de diatomita de baixo grau nas instalações de uma pequena mineradora, Rio do Fogo-RN.

Segundo Sun *et al.* (2013), é possível reduzir o desperdício de diatomita através da adoção de alguns métodos de purificação, como, por exemplo: (a) Tratamento com ácido; (b) Classificação; (c) Calcinação; (d) Sedimentação gravitacional; (e) Tratamento de ultrassom; (f) Separação magnética; (g) Flutuação e (h) Esmerilhamento. Contudo, os autores afirmam que, de modo geral, isto tende a resultar em severos impactos ambientais e/ou elevação dos custos de operação. Assim, alguns estudiosos vêm buscando encontrar uma solução para o problema da diatomita de baixo grau.

Man *et al.* (2017) fabricaram tijolos porosos à base de diatomita de baixo grau e lama de filtro de açúcar. Neste estudo, 7 misturas foram projetadas com proporções de diatomita de baixo grau variando de 60 a 90% em peso. Em seguida, as amostras foram sinterizadas em temperaturas de 700 a 900 °C. Os resultados apontaram que o tijolo fabricado com 80% de resíduo de diatomita, quando sinterizado a 800 °C apresentou resultados de densidade aparente, porosidade aberta e resistência à flexão em conformidade com o padrão nacional chinês para tijolo permeável.

Em outro estudo, cerâmicas porosas foram elaboradas com diatomita de baixo grau e concha de ostra (Hao *et al.*, 2019). Nesta pesquisa, os autores afirmam que a porosidade do resíduo da diatomita é reduzida significativamente a partir do incremento de temperatura, por isso, a concha de ostra foi testada como agente formador de poros e material fundente. Os principais resultados apontam uma redução de aproximadamente 300 °C na temperatura de sinterização, uma elevação de 50,20% na porosidade aberta e uma resistência mecânica à compressão de quase 19,0 MPa. Além disso, a cerâmica elaborada na proporção 70/30 apresentou propriedades físico-mecânicas adequadas para uso na construção civil.

Costa *et al.* (2021) Analisaram a influência da temperatura de secagem em placas cerâmicas fabricadas com argila e diatomita baixo grau. O resíduo de diatomita utilizado foi obtido na cidade de Rio do Fogo, no estado do Rio Grande do Norte. Neste estudo, os autores concluíram que as propriedades físicas encontradas no rejeito de diatomita tornava o material adequado para fabricação de elementos à base de cerâmicas vermelhas. Além disso, eles pressupõem que a granulometria encontrada pode reduzir a retração da massa cerâmica.

3.6 Características e Potencialidades do DW na fabricação de LWAs

3.6.1 Composição química

Um resumo da composição química do resíduo de diatomita, analisado por diversos estudos, é apresentado a seguir por meio da Tabela 4. Em todas as pesquisas, o principal componente encontrado no resíduo de diatomita foi o SiO₂. As taxas de concentração deste

constituente variaram de 63,77 a 94,57%. Encontrados em quantidades secundárias, os teores de Al₂O₃ e de Σ Fluxo variaram de 2,23 a 18,97% e de 1,39 a 7,56%, respectivamente. De acordo com Souza (2019), amostras com tais características tendem a apresentar elevação do ponto de fusão.

De acordo com a Tabela 4, em nenhuma das pesquisas encontradas, o resíduo de diatomita atendeu integralmente aos parâmetros de composição química da argila expansível (Riley, 1951). Dessa forma, é possível supor que a expansão das amostras seja comprometida, quando da utilização exclusiva do resíduo de diatomita na fabricação de agregados leves. Conforme Souza (2019), uma possível solução para o problema apresentado é a aplicação do resíduo junto com outros materiais que contenham pequenas porções de SiO₂ e significativas quantidades de Al₂O₃ e de óxidos fundentes.

Tabela 4 - Composição química do Resíduo de Diatomita

Referências	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	Na₂O	K₂O	Outros
Costa, 2017	85,85	10,24	1,39	0,00	0,00	0,00	0,00	2,52
Costa <i>et al.</i> , 2021	88,39	9,07	0,60	0,41	0,39	0,00	0,13	1,02
Font <i>et al.</i> , 2018	81,70	5,67	3,71	1,28	0,41	1,30	0,86	5,07
Galán-Arboledas <i>et al.</i> , 2017	86,30	2,90	1,70	0,80	0,20	0,30	0,50	7,30
Hao <i>et al.</i> , 2019	71,16	12,25	2,16	0,39	0,58	0,34	0,76	12,36
Letelier <i>et al.</i> , 2016	94,57	2,23	0,00	1,91	0,00	1,29	0,00	0,00
Man <i>et al.</i> , 2017	77,16	5,25	2,16	0,39	0,58	0,34	0,76	13,36
Sun <i>et al.</i> , 2013	81,78	5,49	2,01	1,05	0,52	0,29	1,07	7,79
Yang <i>et al.</i> , 2014	80,17	5,72	2,48	0,35	0,64	0,39	0,96	9,29
Yao <i>et al.</i> , 2018	63,77	18,97	1,48	0,48	0,00	0,04	0,16	15,10

A diatomita de baixo grau, analisada por Yao *et al.* (2018), foi a amostra com composição química mais próxima dos parâmetros de Riley (1951). O material apresentou teores de SiO₂, Al₂O₃ e Σ Fluxo de 63,77%, 18,97% e 2,16%, respectivamente. Neste caso, o uso deste resíduo em uma mistura binária com um material rico em óxidos fundentes pode reduzir a temperatura de fusão da amostra, promovendo a geração de uma maior quantidade de fase líquida (Souza, 2019). Por outro lado, 3 amostras avaliadas não conseguiram atender a nenhum dos critérios de inchaço proposto por Riley (Letelier *et al.*, 2016), (Galán-Arboledas *et al.*, 2017), (Man *et al.*, 2017). Nestes casos, pode ser necessária a adoção de misturas ternárias, a fim de se obter uma composição química expansível.

3.6.2 Mineralogia

Os dados das características mineralógicas do resíduo de diatomita, extraídos de 10 trabalhos distintos, são exibidos na Tabela 5. Os resultados da difração de raios-x apontam que a principal fase cristalina do resíduo de diatomita é o quartzo. Tal mineral foi encontrado em todas as amostras analisadas. Além disso, 4 dos 10 estudos encontrados identificaram sílica pouco reativa na forma de cristobalita. Conforme relatado anteriormente, os minerais de quartzo tendem a influenciar a viscosidade da amostra durante a sinterização, potencializando o aprisionamento dos gases. No entanto, demonstram um baixo potencial para formação de gases (Souza, 2019).

Tabela 5 - Composição mineralógica do Resíduo de Diatomita

Referências	Composição Mineralógica
Costa, 2017	Quartzo, Cristobalita
Costa <i>et al.</i> , 2021	Quartzo, Caulinita
Font <i>et al.</i> , 2018	Quartzo, Cristobalita, Anortita
Galán-Arboledas <i>et al.</i> , 2017	Quartzo, Cristobalita
Hao <i>et al.</i> , 2019	Quartzo, Muscovita, Albita, Opala, Halita
Letelier <i>et al.</i> , 2016	Quartzo, Cristobalita, Sanidina
Man <i>et al.</i> , 2017	Quartzo, Cristobalita, Caulinita, Muscovita
Sun <i>et al.</i> , 2013	Quartzo, Montmorilonita, Caulinita, Muscovita, Feldspato
Yang <i>et al.</i> , 2014	Quartzo, Montmorilonita, Muscovita, Feldspato
Yao <i>et al.</i> , 2018	Quartzo, Caulinita, Montmorilonita

Além do quartzo, a mineralogia do resíduo de diatomita apresentou outras fases mineralógicas de forma recorrente. A fase muscovita foi identificada em 40% das pesquisas. Conforme relatado anteriormente, a dissociação deste argilomineral resulta na produção de gases e, normalmente, coincide com o derretimento viscoso das amostras (Riley, 1951), (Souza, 2019). Do mesmo modo, 40% dos trabalhos encontrados identificaram fases de caulinita no resíduo de diatomita. De acordo com González-Corrochano *et al.* (2009), a desidroxilação da caulinita, durante o processo de sinterização, tende a liberar gases e favorecer o inchaço. Em 30% dos estudos, o resíduo de diatomita apresentou fases de Montmorilonita. Segundo Lee *et al.* (2021), o processo de decomposição da Montmorilonita é lento e tende a favorecer a formação de um núcleo cerâmico poroso na amostra.

3.6.3 Granulometria

Os dados da distribuição de tamanho de partícula do resíduo de diatomita foram apresentados de forma distinta em cada um dos estudos encontrados. Dessa forma, a Tabela 6 apresenta uma compilação dos resultados de Diâmetro médio (*D_{méd.}*), Diâmetro a 50% (*D₅₀*), Diâmetro máximo (*D_{máx.}*) e Área de superfície específica (*S.E.*). Na maioria dos casos, os dados da granulometria do resíduo de diatomita variaram ao longo de pequenas faixas: (a) *D_{méd.}* de 13,28 a 46,40 μm , (b) *D₅₀* de 9,51 a 22,50 μm e (c) *S.E.* de 22,18 a 24,30 μm . Contudo, em um caso particular, nota-se um valor discrepante para a dimensão máxima de partículas (Yao *et al.*, 2018). Nas demais pesquisas, o valor de *D_{máx.}* concentrou-se entre 50 e 90 μm . Tal discordância, aparentemente, está relacionada ao método de beneficiamento adotado na pesquisa em questão, onde o resíduo adquirido foi moído até um tamanho menor que 30 mesh.

Tabela 6 - Composição granulométrica do Resíduo de Diatomita

Referências	D _{méd.} (μm)	D ₅₀ (μm)	D _{máx.} (μm)	S.E. (m^2/g)
Costa <i>et al.</i> , 2021	13,28	9,51	-	-
Font <i>et al.</i> , 2018	46,40	-	-	-
Hao <i>et al.</i> , 2019	-	19,87	90,00	-
Letelier <i>et al.</i> , 2016	-	-	75,00	-
Man <i>et al.</i> , 2017	-	22,50	70,00	24,30
Sun <i>et al.</i> , 2013	-	-	-	22,18
Yang <i>et al.</i> , 2014	-	-	50,00	-
Yao <i>et al.</i> , 2018	-	-	540,00	-

De forma geral, os dados da composição granulométrica do resíduo de diatomita apontam que o material possui uma granulação fina, com tamanho de partículas normalmente menores que 150 μm . Isto permite pressupor que o resíduo de diatomita tende a reduzir a rugosidade superficial e o tamanho dos poros do LWA e conseqüentemente aumentar a sua resistência mecânica (Dondi *et al.*, 2016). Por outro lado, a diatomita de baixo grau testada por Yao *et al.* (2018) apresentou um *D_{máx.}* de aproximadamente 540 μm . Neste estudo, os autores analisaram a adequação do resíduo como material adsorvente e suporte de catalisador. Segundo Dondi *et al.* (2016), esta granulometria mais grossa pode favorecer a redução da densidade aparente dos agregados leves.

3.6.4 Perda de massa

Os dados de perda de massa encontrados para o resíduo de diatomita estão representados na Figura 9. A média dos resultados obtidos produziu uma *LOI* de aproximadamente 6,2%, apresentando um valor mínimo de 0,38% (Costa *et al.*, 2021) e máximo de 10,3% (Hao *et al.*, 2019). A dispersão entre os resultados encontrados ocorre devido à diferença entre as temperaturas adotadas durante o processo de queima da diatomita e/ou variações na metodologia de queima aplicada nos testes de perda de massa.

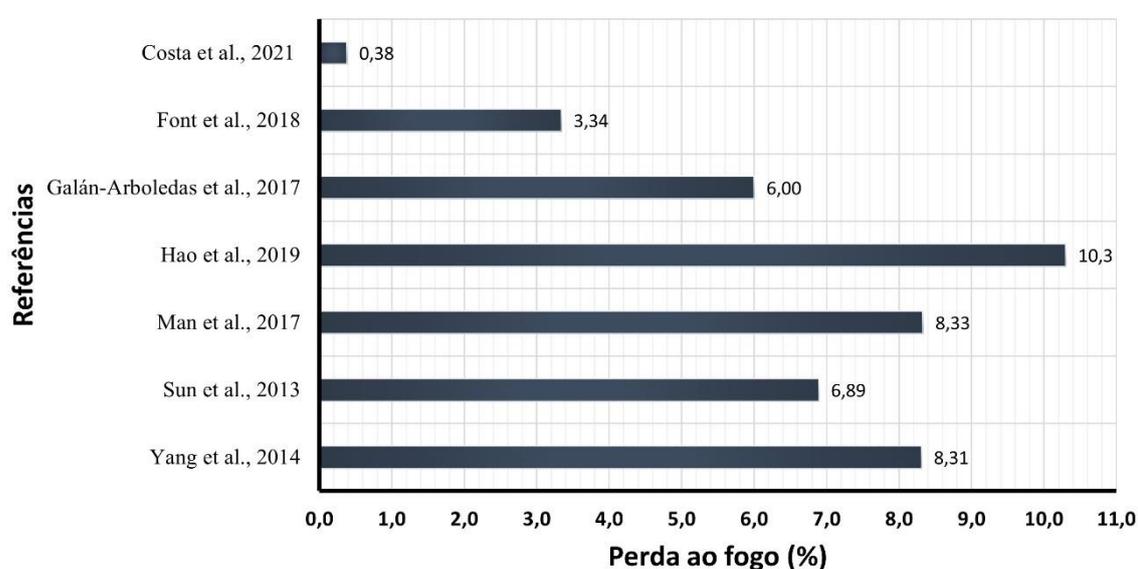


Figura 9 - Perda de massa do Resíduo de Diatomita

Conforme relatado anteriormente, a decomposição de constituintes minerais das amostras, muitas vezes, resulta na formação de gases. Nesse contexto, cabe ressaltar que os quatro maiores índices de perda de massa encontrados foram relatados por estudos que identificaram a muscovita na composição mineralógica do resíduo de diatomita (Sun *et al.*, 2013), (Yang *et al.*, 2014), (Man *et al.*, 2017), (Hao *et al.*, 2019). Assim, é possível que o resíduo de diatomita, tal como apresentado nestes estudos, seja capaz de produzir gases durante o derretimento viscoso das amostras. Sob outra perspectiva, percebe-se que a *LOI* apresentada por Costa *et al.* (2021) é relativamente baixa e apresenta uma significativa discrepância ao resultado apresentado nos demais estudos. Contudo, não é adequado apontar o resultado como uma anomalia, pois o material relatado é oriundo do estado do Rio Grande do Norte, sendo assim passível de análise e utilização nesta pesquisa.

3.6.5 Microestrutura

A Figura 10 apresenta uma compilação da morfologia tipicamente identificada no resíduo de diatomita. Na maioria dos estudos, a principal característica do material é a estrutura de partículas altamente porosas. A diatomita de baixo grau avaliada por Sun *et al.* (2013) apresentou uma estrutura porosa em forma de disco com diâmetros de aproximadamente 20 μm . De modo semelhante, Font *et al.* (2018) identificaram formas esqueléticas em forma de discos, esferas e semiesferas, composta por microporos em suas estruturas. Esta morfologia microscópica é representada na Figura 10a, através de imagens adaptadas dos estudos de Yang *et al.* (2014) e Sun *et al.* (2017).

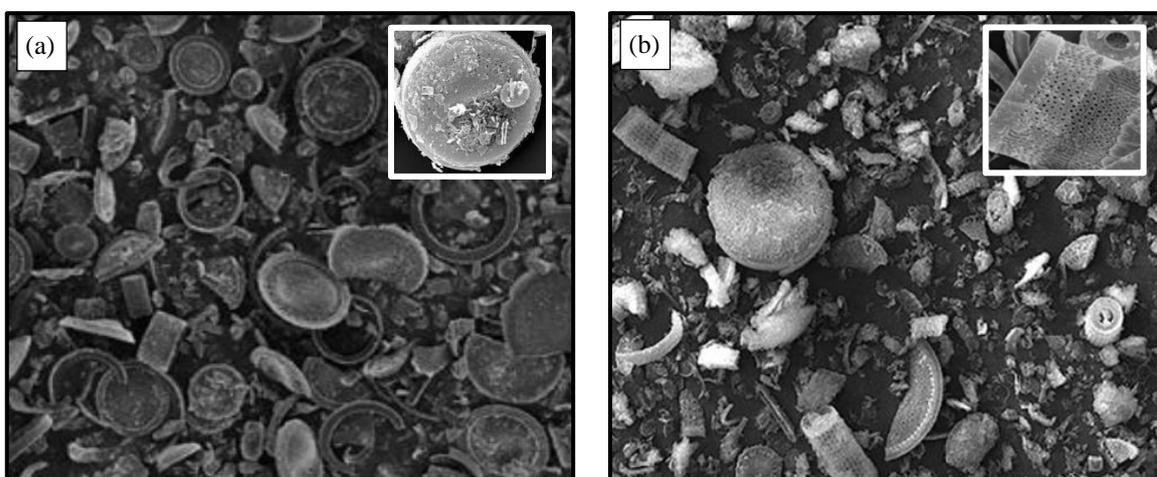


Figura 10 – Imagens de MEV do resíduo de diatomita (a) Adaptado, Yang *et al.* (2014) e Sun *et al.* (2017), (b) Adaptado, Yao *et al.* (2018) e Hao *et al.* (2019).

Em algumas pesquisas, a estrutura de partículas identificada foi diferente e/ou complementar à apresentada anteriormente (Figura 10b). Além da forma de platô de disco, a morfologia do material testado por Hao *et al.* (2019) apresentou impurezas sobre as superfícies das partículas. Yao *et al.* (2018) relatam que o material analisado possui a forma de cilindros e de barcos. Yang *et al.* (2014) descrevem a morfologia do resíduo de diatomita como diatomáceas de disco, acrescidas de pouca diatomácea de cadeia reta e detritos.

A alta porosidade do resíduo de diatomita favorece a retenção de água no interior dos poros. Isto tende a prejudicar a trabalhabilidade das misturas dos LWAs (Lynn *et al.*, 2015). Por outro lado, esta elevada porosidade tende a provocar uma diminuição na densidade das amostras, configurando assim uma vantagem para fabricação de agregados leves. Segundo Man *et al.* (2017), a porosidade das partículas de diatomita é fortemente influenciada pela

faixa de temperatura de sinterização adotada. Os autores afirmam que, em temperaturas próximas a 800 °C, ocorre uma decomposição orgânica do material e conseqüentemente a formação de microporos nas partículas de diatomita. Conjuntamente, o trabalho declara que temperaturas superiores a 900 °C terão um efeito inverso, tornando o material mais denso devido ao derretimento superficial destas partículas.

3.7 Argila

Ao longo dos séculos, a argila vem sendo utilizada na produção de diversos materiais de construção. Algumas propriedades obtidas após a sinterização de produtos à base de argila, como resistência mecânica e ao fogo, durabilidade e isolamento termoacústico, favorecem sua utilização em serviços básicos da construção civil, como, por exemplo, alvenarias, coberturas e revestimentos de paredes e de piso. Contudo, a utilização deste material na engenharia civil é muito mais abrangente. Além de blocos, tijolos, telhas e revestimentos, a argila também pode ser utilizada para fabricar materiais abrasivos, refratários, cimentos, louças, porcelanas, sensores, catalisadores, agregados leves e várias outras coisas (Acchar, 2010), (Shubbar, 2019).

Conforme relatado anteriormente, a argila é comumente utilizada na fabricação de agregados leves devido à sua facilidade de conformação em grânulos e sua capacidade de resultar em amostras leves e resistentes quando submetidas à sinterização. De modo geral, as propriedades químicas, físicas e mineralógicas do material podem torná-lo atrativo e acessível para a elaboração de uma ampla variedade de LWAs (Ayati *et al.*, 2018). Tal afirmação adquire robustez e força ao se perceber que, conforme a Tabela 1, LWAs comerciais de diversas dimensões, densidades, resistências mecânicas e classes de absorção de água são fabricados à base de argila.

No campo das pesquisas científicas, relacionadas ao aproveitamento de resíduos para fabricação de agregados leves, também é comum o emprego de frações de argila para elaboração dos espécimes. Segundo Souza (2019), a mistura de argila e resíduo tende a proporcionar um melhor balanceamento químico, físico e/ou mineralógico à amostra, resultando na obtenção de LWAs com propriedades adequadas a obras e serviços de engenharia. Em muitos dos estudos encontrados, a argila foi aplicada como matéria-prima principal e o resíduo usado como material secundário incorporado à mistura.

Bernhardt *et al.* (2014) produziram LWAs em um forno rotativo por meio da combinação de argila, fibras de aço carbono e óleo de motor usado. As matérias-primas foram misturadas em proporções de 77,5%, 11,5% e 1%, respectivamente. Conforme os

autores, a mistura em questão apresentou um elevado potencial de expansão. Molineux *et al.* (2016) fabricaram agregados leves a partir da mistura de argila e resíduo de bauxita em proporções de (3,0:1,0), (2,2:1,0), (1,6:1,0), (1,3:1,0) e (1,0:1,0). De acordo com os autores, a quantidade máxima de resíduo foi limitada a 50% devido à sua interferência negativa na resistência do agregado, identificada em investigações anteriores.

Pei *et al.* (2022) elaboraram manualmente grânulos a partir da combinação de argila, serragem e um reagente puro de Fe_2O_3 . Neste estudo, as porções de argila utilizadas nas misturas foram sempre superiores a 50% da massa da amostra. Segundo os autores, os melhores resultados de coeficiente de inchamento, densidade e absorção de água foram obtidos no traço elaborado com 73% de argila, 7% de serragem e 20% de Fe_2O_3 . Em um estudo recente, Cobo-Ceacero *et al.* (2023) prepararam misturas de argila com quatro diferentes tipos de resíduos sólidos orgânicos. Em todas as amostras formuladas, a proporção de argila foi fixada em 97,5% da massa do espécime. Segundo os autores, uma redução nos teores de argila poderia dificultar a expansão do agregado.

Por outro lado, a revisão dos artigos relacionados ao tema também identificou trabalhos onde os resíduos foram aplicados como a matéria-prima principal na fabricação dos LWAs. Zhang *et al.* (2015) fabricaram agregados leves a partir do reaproveitamento de uma escória de ferro-cromo com alto teor de carbono. Neste estudo, o resíduo foi misturado com argila na proporção em massa 60:40, nessa ordem. Os resultados apontaram uma significativa resistência mecânica para o LWA elaborado com 60% de escória. Em outro trabalho, o lodo de esgoto, a argila e um aglutinante orgânico foram totalmente misturados, visando garantir que as quantidades de argila e do aglutinante estivessem nas proporções em massa de 1 a 16% e de 1%, respectivamente. Apesar da baixa quantidade de argila utilizada, os pesquisadores afirmam que alguns dos LWAs fabricados atingiram propriedades de densidade, absorção de água e resistência mecânica semelhantes a um LWA comercial (Cheeseman; Viridi, 2005).

3.8 Características e Potencialidades da argila na fabricação de LWA

3.8.1 Composição química

Uma extensa literatura está disponível nas áreas de caracterização de argilas. Contudo, muitos desses estudos não estão direcionados à fabricação de agregados leves. As características comportamentais de composição química, verificadas por alguns pesquisadores, estão plotadas na Tabela 7. Conforme relatado anteriormente, a composição química da argila exerce uma influência significativa sobre as principais propriedades dos

LWAs. Conforme a Tabela 7, os compostos químicos mais comuns são SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃, com taxas de concentração variando de 40,97 a 65,10%, 16,84 a 46,90% e 0,71 a 27,87%, respectivamente. No tocante ao Σ Fluxo, os valores encontrados variaram de 2,00 a 33,99%.

Tabela 7 - Composição química da Argila

Referências	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Outros
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (A)	42,79	28,81	12,85	2,16	4,01	1,53	5,14	2,71
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (B)	46,91	46,90	1,98	0,51	0,49	0,97	0,36	1,88
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (C)	42,89	28,81	14,19	2,26	2,25	1,67	5,08	2,85
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (D)	52,25	25,86	7,19	3,41	1,59	2,07	5,10	2,53
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (E)	44,33	26,99	11,27	3,24	3,19	2,56	5,36	3,06
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (F)	46,45	28,72	11,10	2,30	2,25	2,36	4,50	2,32
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (G)	49,81	27,19	8,09	2,82	1,99	2,47	5,24	2,39
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (H)	50,85	27,85	6,94	2,61	1,32	1,84	6,12	2,47
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (I)	52,68	27,12	5,17	2,76	1,31	1,78	6,88	2,30
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (J)	61,59	26,88	4,17	0,65	0,82	1,22	2,74	1,93
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (K)	42,00	27,99	14,48	2,50	3,84	1,96	3,92	3,31
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (L)	40,97	30,41	12,71	1,91	3,03	1,99	5,86	3,12
Santis; Rossignolo, 2014 (A)	65,10	16,84	6,81	0,23	0,44	0,07	0,94	9,57
Santis; Rossignolo, 2014 (B)	59,50	17,38	7,43	0,58	2,94	1,23	3,86	7,08
Soltan <i>et al.</i> , 2016	46,02	20,93	12,43	0,80	2,49	2,68	1,23	13,42
Souza, 2019 (A)	55,80	41,95	0,71	0,02	0,15	0,24	0,88	0,25
Souza, 2019 (B)	41,69	21,23	27,87	1,13	2,06	0,00	2,93	3,09

Pode ser extraído da Tabela 7 que cerca de 47% das argilas relatadas nos diferentes estudos possuem um teor de SiO₂ superior a 48%. Adicionalmente, apenas 23,5% destas argilas apresentaram teores de Al₂O₃ na faixa de 8 a 25%. Além disso, mais de 82% destes materiais apresentaram teores de óxidos fundentes entre 4,5 e 31%. Tais resultados revelam um possível excesso de alumina, o que por sua vez pode comprometer o processo de expansão em algumas dessas amostras (Riley, 1951). Uma certa dispersão é notada na composição química das argilas expostas nesta revisão. Isto ocorre porque tais materiais são oriundos de origens e lugares diferentes. De modo geral, a variação no teor de Σ Fluxo é maior do que a encontrada em SiO₂ e Al₂O₃. Isso pode ser porque os óxidos fundentes pertencem a um grupo de elementos mais heterogêneo entre os compostos da argila.

Os dados apresentados na Tabela 7 revelam que apenas duas das amostras encontradas atenderam integralmente aos parâmetros de composição química da argila expansível (Riley, 1951). Tais materiais são oriundos de empresas ceramistas do estado de São Paulo e foram relatados na pesquisa conduzida por Santis; Rossignolo (2014). A localização da composição química de algumas argilas no diagrama de Riley (Figura 11), comprova que apenas essas duas amostras estavam dentro dos limites convencionalmente adequados para expansão dos grânulos.

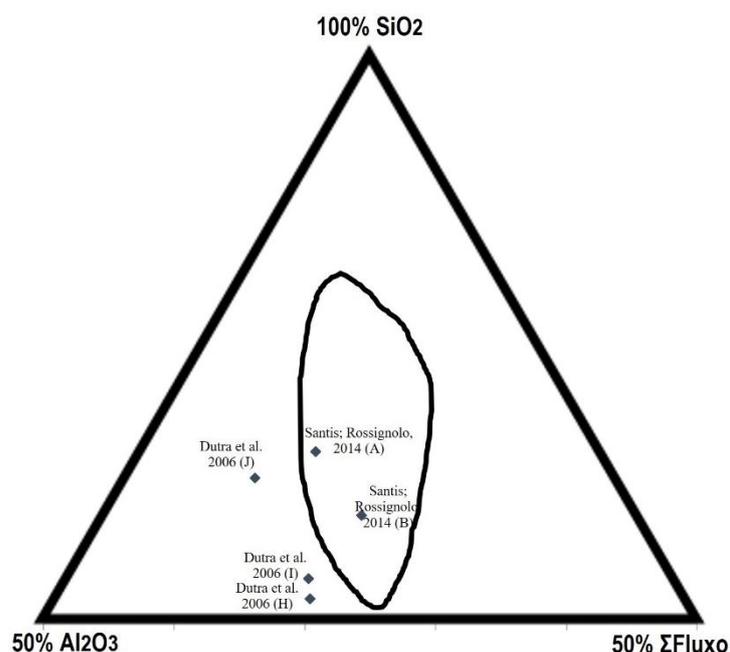


Figura 11 - Composição química de algumas argilas no Diagrama ternário de Riley.
Adaptado, Riley (1951).

Dentre os materiais analisados por Santis; Rossignolo (2014), a argila (A) apresentou teores de SiO_2 , Al_2O_3 e Σ Fluxo de 65,10%, 16,84% e 8,49%, nessa ordem. Na argila (B), os respectivos teores foram de 59,50%, 17,38% e 16,04%. Nesse estudo, os materiais em questão foram utilizados na fabricação de LWAs. Em seguida, estes dois agregados leves foram testados na produção de concretos estruturais. De acordo com os autores, os LWAs fabricados com a argila (A) apresentaram maior densidade e resistência mecânica quando comparados com os grânulos fabricados com a argila (B). Além disso, os índices de resistência à compressão dos concretos, elaborados com os LWAs oriundos de tais argilas, apresentaram resultados semelhantes ao compósito de referência, fabricado com um agregado leve comercial.

3.8.2 Mineralogia

De modo geral, a avaliação das estruturas cristalinas das argilas estudadas foi realizada através de análise de difração de raios-x (DRX). A Tabela 8 apresenta as fases mineralógicas identificadas em diferentes estudos. Conforme os resultados apresentados, a principal fase cristalina da argila é o quartzo, sendo encontrado em todas as amostras analisadas. Como foi relatado anteriormente, os minerais de quartzo tendem a aumentar a viscosidade da amostra durante a sinterização, o que pode levar ao aprisionamento de gases. No entanto, eles têm um potencial baixo de formação de gases (Souza, 2019).

Tabela 8 - Composição mineralógica da Argila

Referência	Composição Mineralógica
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (A)	Quartzo, Ilita, Montmorilonita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (B)	Quartzo, Caulinita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (C)	Quartzo, Caulinita, Ilita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (D)	Quartzo, Albita, Dolomita, Ilita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (E)	Quartzo, Albita, Ilita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (F)	Quartzo, Albita, Ilita, Montmorilonita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (G)	Quartzo, Anortita, Ilita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (H)	Quartzo, Ilita, Sanidina
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (I)	Quartzo, Albita, Ilita, Montmorilonita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (J)	Quartzo, Caulinita, Ilita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (K)	Quartzo, Ilita, Montmorilonita
Dutra <i>et al.</i> , 2006 (L)	Quartzo, Ilita
Soltan <i>et al.</i> , 2016	Quartzo, Caulinita, Montmorilonita
Souza, 2019 (A)	Quartzo, Caulinita, Haloisita
Souza, 2019 (B)	Quartzo, Biotita, Ilita

Os dados das análises de DRX também revelaram que a argila tem um significativo potencial para formação de gases durante o processo de sinterização. Em todas as amostras, as argilas apresentaram, no mínimo, uma fase mineralógica comumente indicada para tal finalidade. De forma mais recorrente, foram identificados minerais de ilita em 80% das pesquisas. Além disso, 33% dos estudos apontaram as fases minerais de caulinita e/ou

montmorilonita nas argilas aplicadas. Dessa forma, o uso de argila em misturas de LWAs, como um material de substituição ao resíduo, é aparentemente adequado devido à sua composição mineralógica.

3.8.3 Perda de massa

Uma compilação dos dados de perda de massa encontrados para argila foram tabulados e são apresentados a seguir por meio da Figura 12.

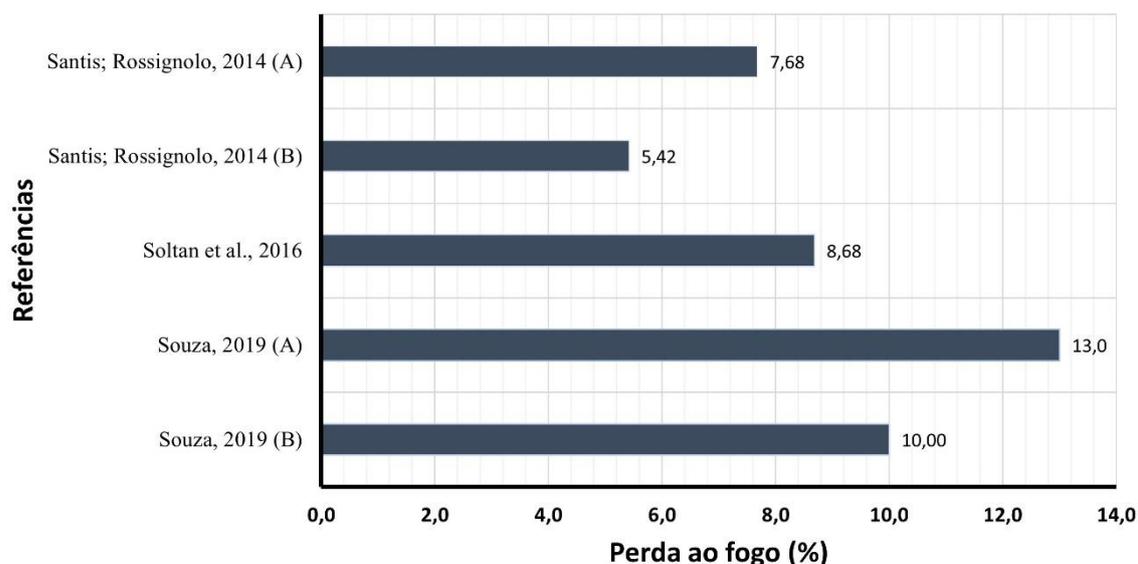


Figura 12 - Perda de massa da argila

Os valores da *LOI* variaram entre 5,42 e 13,0%. A perda de massa média foi de aproximadamente 9%, valor significativamente maior do que os dados de *LOI* encontrados para o RCW e o DW. Esta significativa perda de massa tende a estar relacionada à combustão de matéria orgânica, à desidroxilação de argilominerais e a reações com o Fe_2O_3 (Riley, 1951) (Liu *et al.*, 2018b), (Souza, 2019). Conseqüentemente, é possível supor que a argila possui um alto potencial para liberação de gases oriundos destes processos de perda de massa.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

4.1.1 Resíduo de Diatomita

O resíduo de diatomita utilizado nesta pesquisa é oriundo do distrito de Púnau, localizado no município de Rio do Fogo/RN. O material foi coletado em um depósito de resíduos da empresa Mineralite Mineração Indústria e Comércio Ltda. Uma ilustração do processo de geração do resíduo de diatomita é apresentada a seguir por meio da Figura 13. Num primeiro momento, a terra diatomácea é coletada manualmente com auxílio de pás. Em seguida, o material coletado é encaminhado para secagem ao ar livre, visando reduzir sua umidade. Logo depois, os blocos são encaminhados para o processo de calcinação em temperaturas de até 1000 °C. Posteriormente, o material resfriado é encaminhado para as etapas finais de moagem e classificação. Nesta etapa, o material mais denso é rejeitado, dando origem ao resíduo em questão.

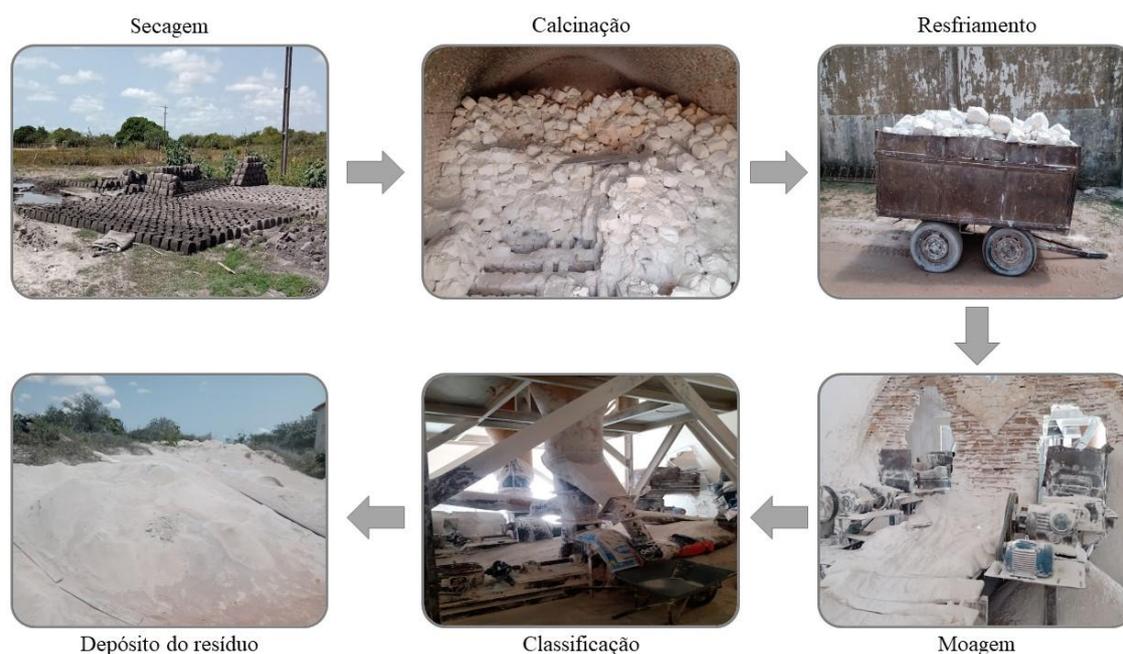


Figura 13 - Ilustração do processo de geração do resíduo de diatomita.

4.1.2 Resíduo da cerâmica vermelha

O resíduo da cerâmica vermelha foi fornecido pela Cerâmica do Gato Ltda., situada no distrito de Acauã, no município de Açú/RN. Uma significativa parcela deste subproduto é proveniente das quebras ocorridas durante os processos de manuseio, transferência, estocagem e expedição de tijolos, telhas e lajotas, isto corrobora com Carvalho; Leite (1999) e Ray *et al.* (2021). Conforme a Figura 14, o material apresentava uma granulometria grossa,

composta por partículas de tamanhos variados. Isto denota uma necessidade de moagem e peneiramento para obtenção de um material com a granulometria adequada.



Figura 14 - Amostra de resíduo cerâmico utilizado na pesquisa.

4.1.3 Argila

A argila utilizada nesse estudo também foi cedida pela Cerâmica do Gato Ltda. O material denominado argila vermelha é o mesmo utilizado na fabricação das peças cerâmicas comercializadas pela empresa em questão. A argila foi fornecida em seu estado natural, composta por torrões secos ao ar e com granulometria diversa (Figura 15). Tal material apresenta teores significativos de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 , corroborando com Souza (2019).



Figura 15 - Amostra de argila utilizada na pesquisa.

4.1.4 Água para homogeneização das misturas

A água utilizada para homogeneização das misturas foi coletada da rede de abastecimento de água da cidade de Natal/RN. O material é fornecido pela Companhia de Águas e Esgotos do Rio Grande do Norte (CAERN), sendo empregado em temperatura ambiente.

4.2 Métodos

A Figura 16 exibe um resumo da organização desta pesquisa:

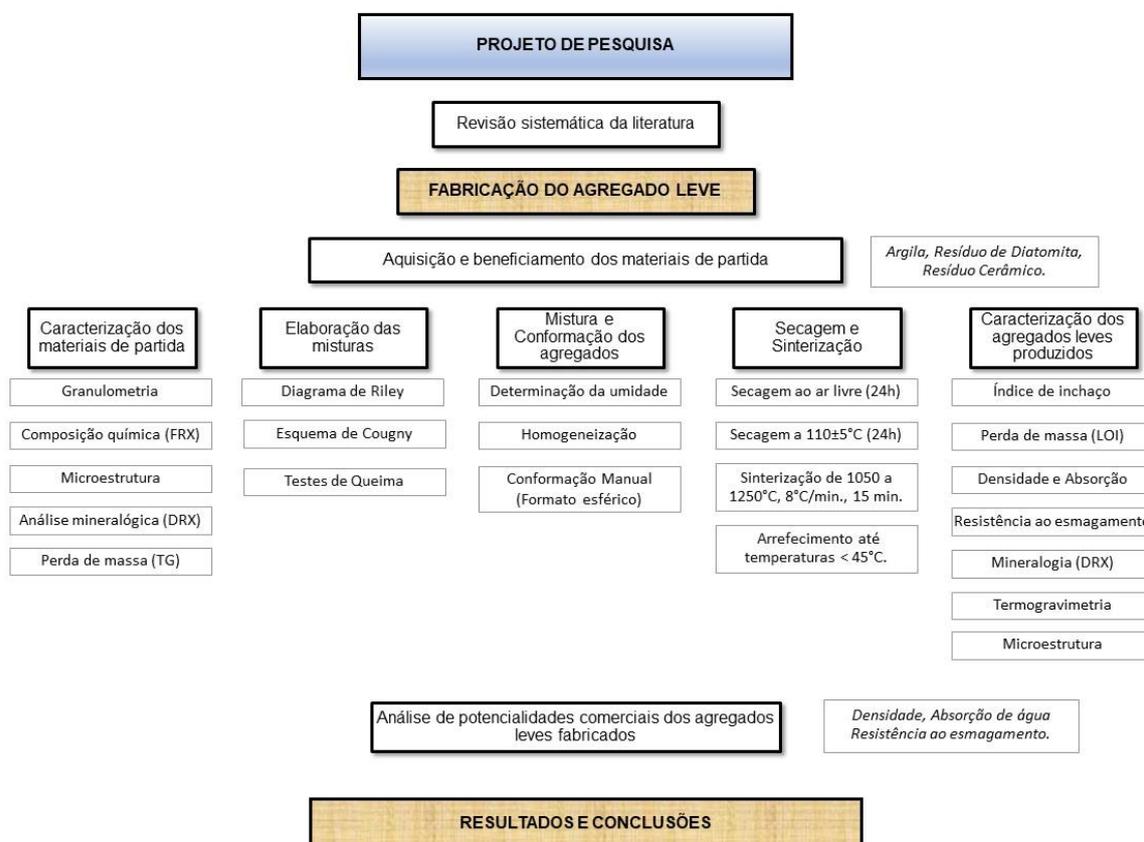


Figura 16 - Resumo da organização desta pesquisa.

4.2.1 Fabricação do agregado leve

4.2.1.1 Beneficiamento das matérias-primas

Técnicas de moagem e peneiramento foram aplicadas em todas as matérias-primas utilizadas neste estudo. Este beneficiamento busca desenvolver amostras com distribuição granulométrica ideal para fabricação de agregados leves, seguindo uma metodologia anteriormente aplicada em estudos bem-sucedidos (Cougny, 1990), (Mun, 2007), (Souza, 2019). Dessa forma, antes de sua utilização, a argila e os resíduos de diatomita e de cerâmica vermelha foram secos em estufa a 110 ± 5 °C até atingirem constância de massa, e em

seguida fragmentados em um moinho de bolas até obter frações passantes em uma peneira com abertura de 150 μm . A Figura 17 expõe a estufa utilizada nesta pesquisa. Tal aparelho foi disponibilizado pela Diretoria Acadêmica de Construção Civil do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (DIACON/IFRN).



Figura 17 - Estufa utilizada na pesquisa.

Para a cominuição dos materiais de partida, foi utilizado um moinho de bolas da marca SOLAB. Tal equipamento é o mesmo empregado em estudos anteriores (Souza, 2019). Ele possui um recipiente com capacidades de 7,5 litros e um conjunto de esferas, ambos fabricados em porcelana. O aparelho também é dotado de uma armação metálica e uma vedação de borracha. Seu procedimento de moagem ocorre com o auxílio de roletes giratórios. O moinho utilizado nesta pesquisa foi disponibilizado pela DIACON/IFRN e é apresentado na Figura 18.



Figura 18 - Moinho de bolas utilizado na pesquisa.

Após a moagem, o material foi peneirado, visando obter materiais com dimensão máxima de 0,15 mm. Na Figura 19, é possível visualizar a aparência final das matérias-primas beneficiadas.



Figura 19 - Aspecto das matérias-primas beneficiadas: (a) Argila vermelha, (b) Resíduo cerâmico, (c) Resíduo de diatomita.

4.2.1.2 Caracterização das matérias-primas

4.2.1.2.1 Análise química

A análise química das matérias-primas beneficiadas foi executada pelo método de fluorescência de raios-x por energia dispersiva (FRX), com o auxílio de um espectrômetro portátil Thermo Scientific Niton XL3T. Os ensaios foram realizados no Laboratório de

Tecnologia Mineral e Materiais (LT2M), pertencente à Diretoria Acadêmica de Recursos Naturais (DIAREN/IFRN). A Figura 20 expõe imagens do aparelho em questão.



Figura 20 - Espectrômetro portátil Thermo Scientific Niton XL3T. Fonte: LT2M/IFRN.

A composição química dos materiais de partida é apresentada na Tabela 9. Estes dados foram utilizados como parâmetro de entrada, durante a formulação das misturas, visando elaborar materiais que possam formar grânulos fundidos com viscosidade suficiente para o aprisionamento dos gases (Riley, 1951), (Cougny, 1990).

Tabela 9 - Composição química dos materiais de partida.

Composição	Argila vermelha (RC)	Resíduo cerâmico (RCW)	Resíduo de diatomita (DW)
SiO ₂	41,45	46,23	90,54
Al ₂ O ₃	21,02	5,98	1,61
Fe ₂ O ₃	27,99	26,31	2,81
CaO	1,17	5,19	1,12
MgO	2,09	0,00	0,00
Na ₂ O	0,00	0,00	0,00
K ₂ O	2,96	8,56	0,43
Outros	3,32	7,73	3,49

Conforme a Tabela 9, os principais constituintes da argila vermelha (RC) são o SiO₂ (41,45%) e Fe₂O₃ (27,99%). Além disso, quantidades significativas dos óxidos de alumina

e potássio também foram identificadas. De acordo com a literatura pertinente, é possível supor que este elevado teor de óxidos de ferro pode promover uma reação de redução do óxido de ferro com materiais carbonosos ou orgânicos, potencializando assim a expansão das amostras (Dondi *et al.*, 2016). Por outro lado, esta quantidade excessiva de ferro pode acelerar o derretimento viscoso da amostra (Lee *et al.*, 2021).

As análises químicas do resíduo cerâmico (RCW) apontam que a composição química deste resíduo é constituída principalmente por SiO₂ (46,23%) e Fe₂O₃ (26,31%). O material também apresentou quantidades importantes dos óxidos de alumina, cálcio e potássio. Estas características são parcialmente semelhantes às apresentadas por outras pesquisas (Jerônimo *et al.*, 2018), (Martín *et al.*, 2018), (Pitarch *et al.*, 2021). Com base em Lau *et al.* (2017), é possível supor que o CaO presente na amostra pode contribuir para a geração de gases de dióxido de carbono, durante a formação da fase líquida.

No resíduo de diatomita (DW), o principal composto identificado é o SiO₂ (90,54%). Tal resultado é bem semelhante aos dados apresentados em pesquisas anteriores (Letelier *et al.*, 2016), (Galán-Arboledas *et al.*, 2017), (Costa *et al.*, 2021). Esta expressiva concentração de óxidos de sílica tende a elevar o ponto de fusão da amostra. Sendo assim, a obtenção de uma fase líquida com viscosidade adequada demandará um aumento da temperatura de sinterização (Lau *et al.*, 2017), (Souza, 2019).

De modo geral, nenhum dos materiais testados atendeu integralmente à composição química exigida para fabricação de agregados expansíveis. Isto pode prejudicar a quantidade e a viscosidade da fase líquida gerada em altas temperaturas, e consequentemente comprometer a expansibilidade das amostras elaboradas com uma única matéria-prima (Riley, 1951). Em compensação, os resultados encontrados denotam que as matérias-primas testadas possuem certa sinergia para a formulação de misturas binárias ou ternárias, uma vez que os teores de sílica e de óxidos fundentes são um tanto discrepantes.

4.2.1.2.2 Composição mineralógica

As análises mineralógicas dos materiais de partida foram realizadas através de um difratômetro de raios-x Shimadzu, XRD-7000. As fases cristalinas foram identificadas a partir de uma radiação Cu K α a 40 mA e 40 kV na faixa de 10 a 80° (2 θ), usando um passo angular de 0,02° e uma velocidade de varredura de 1,20°/min. Estas condições de ensaio são as mesmas aplicadas em um estudo anterior (Souza, 2019). O equipamento utilizado (Figura

21) encontra-se no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), e foi disponibilizado pela Diretoria Acadêmica de Recursos Naturais (DIAREN) do IFRN.



Figura 21 - Difratorômetro de raios-x Shimadzu, XRD-7000.

4.2.1.2.3 Composição granulométrica

A distribuição granulométrica das matérias-primas beneficiadas foi determinada com o auxílio de um analisador de tamanho de partícula a laser de alta resolução CILAS 1090. A análise dos pós moídos ocorreu por via seca, em uma faixa granulométrica de 0,10 a 500,00 μm . Os ensaios foram realizados no Laboratório de materiais metálicos, pertencente à Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

4.2.1.2.4 Perda de massa

A realização de testes de perda de massa nas matérias-primas é comumente aplicada antes da produção de LWAs, pois favorece o entendimento das possíveis reações que possam provocar a geração de gás durante a sinterização das amostras (Souza, 2019). Devido às limitações apresentadas pelo analisador termogravimétrico disponibilizado para esta pesquisa, as análises de perda de massa dos materiais de partida precisaram ser realizadas de duas formas distintas. Inicialmente, os testes de perda de massa foram realizados com auxílio de um equipamento TG-DTA do Laboratório de Síntese e Caracterização de Filmes Finos (LABFILM) da UFPB, usando cadinhos de alumina. Nesta etapa, a faixa de temperatura utilizada foi de 30 a 1200 $^{\circ}\text{C}$, seguindo uma rampa de aquecimento de 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, em atmosfera de nitrogênio.

De forma complementar, outras amostras foram submetidas à análise de perda de massa através do processo de sinterização, com auxílio de um forno de câmara trifásico, fabricado pela empresa JUNG (Figura 22).



Figura 22 - Forno de câmara trifásico JUNG.

Nesta etapa, os materiais de partida foram submetidos a temperaturas de 1250 °C, valor semelhante ao patamar que será aplicado durante a fabricação dos LWAs. A perda de massa foi calculada pela diferença entre a massa das matérias-primas antes e depois da sinterização (Li *et al.*, 2016), (Souza, 2019), conforme a Equação 1:

$$\text{Perda de massa} = 100 (M_i - M_f) / M_i (\%) \quad (1)$$

Onde: M_i = massa inicial da amostra e M_f = massa final da amostra.

4.2.1.2.5 Microestrutura

Estudos de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizados em todas as matérias-primas aplicadas nesta pesquisa, utilizando um microscópio Vega-3 LMU da Tescan (Figura 23), a uma voltagem de aceleração de 20 kV. Esta análise morfológica dos materiais de partida também foi realizada no LACAM da DIAREN/IFRN. As amostras pulverizadas foram secas e em seguida impregnadas nas bases de suporte do equipamento. Em alguns casos, partes das superfícies analisadas foram recobertas por uma fita de carbono. O uso desta camada condutora visa refinar a qualidade das imagens obtidas no ensaio.



Figura 23 - Microscópio Vega-3 LMU TESCAN.

4.2.1.3 *Elaboração das misturas*

Todas as misturas produzidas neste estudo foram elaboradas a partir de um protocolo baseado nos ensaios de caracterização das matérias-primas. Esta metodologia buscou obter formulações adequadas para fabricação de agregados leves. O protocolo de caracterização desenvolvido analisou os resultados de variáveis consideradas fundamentais por Riley (1951) e Cougny (1990), como, por exemplo: (a) composição química, (b) mineralogia e (c) granulometria. Nesta etapa, a formulação das amostras foi executada plotando os dados dos materiais de partida nos principais esquemas de desenvolvimento de LWAs (Riley, 1951), (Cougny, 1990).

Conforme relatado anteriormente, as composições químicas das matérias-primas utilizadas não atenderam integralmente às condições de argila expansível (Riley, 1951). Dessa forma, decidiu-se elaborar misturas binárias e ternárias, empregando a argila vermelha, o resíduo cerâmico e o resíduo de diatomita. Cabe destacar que estudos anteriores demonstraram certa dificuldade de conclusão durante as análises de influência das matérias-primas e da temperatura em amostras ternárias (Souza, 2019). Por isso, grande parte das avaliações destes efeitos foram realizadas a partir dos resultados das amostras binárias.

Os 20 traços elaborados para as formulações binárias são apresentados através da Tabela 10. No conjunto em questão, os teores de RCW, RC e DW variaram de 0 a 100%. Contudo, cabe destacar que, excetuando-se a amostra B20, as demais amostras deste grupo possuíam no mínimo 50% de resíduo em sua composição. Além disso, a plasticidade ideal

para homogeneização das amostras foi obtida a partir da adição de 30 a 50% de água, em massa.

Tabela 10 - Composição das misturas Binárias (% em massa).

MISTURAS	Resíduo cerâmico RCW	Argila vermelha RC	Resíduo de diatomita DW	ÁGUA (%)
B1	100,0	0,0	0,0	40,0
B2	90,0	10,0	0,0	35,0
B3	80,0	20,0	0,0	31,0
B4	70,0	30,0	0,0	30,0
B5	60,0	40,0	0,0	30,0
B6	50,0	50,0	0,0	30,0
B7	90,0	0,0	10,0	40,0
B8	80,0	0,0	20,0	38,0
B9	70,0	0,0	30,0	36,0
B10	60,0	0,0	40,0	36,0
B11	50,0	0,0	50,0	40,0
B12	40,0	0,0	60,0	45,0
B13	30,0	0,0	70,0	45,0
B14	0,0	0,0	100,0	50,0
B15	0,0	10,0	90,0	48,0
B16	0,0	20,0	80,0	42,0
B17	0,0	30,0	70,0	40,0
B18	0,0	40,0	60,0	38,0
B19	0,0	50,0	50,0	36,0
B20	0,0	100,0	0,0	30,0

Por sua vez, o grupo de amostras ternárias foi formado por 11 espécimes distintos (Tabela 11). Neste conjunto, os teores de RCW, RC e DW variaram de 5 a 71%, 10 a 48% e 11 a 72%, respectivamente. No conjunto em questão, a quantidade mínima de resíduo utilizado foi de 52%, amostras T1 e T2. Enquanto isso, a amostra T11 possuía 90% de resíduo em sua composição. Ademais, o teor de água adicionado variou de 32 a 39%.

Tabela 11 - Composição das misturas Ternárias (% em massa).

MISTURAS	Resíduo cerâmico RCW	Argila vermelha RC	Resíduo de diatomita DW	ÁGUA (%)
T1	7,0	48,0	45,0	35,0
T2	25,0	48,0	27,0	34,0
T3	25,0	40,0	35,0	34,0
T4	9,0	39,0	52,0	35,0
T5	47,0	35,0	18,0	32,0
T6	5,0	27,0	68,0	35,0
T7	28,0	25,0	47,0	39,0
T8	16,0	22,0	62,0	35,0
T9	71,0	18,0	11,0	32,5
T10	29,0	15,0	56,0	35,0
T11	18,0	10,0	72,0	39,0

Os dados de composição química das formulações desenvolvidas neste estudo foram lançados no diagrama de Riley (Riley, 1951). A partir da Figura 24, é possível perceber que uma expressiva parcela das amostras se situou fora da região expansível.

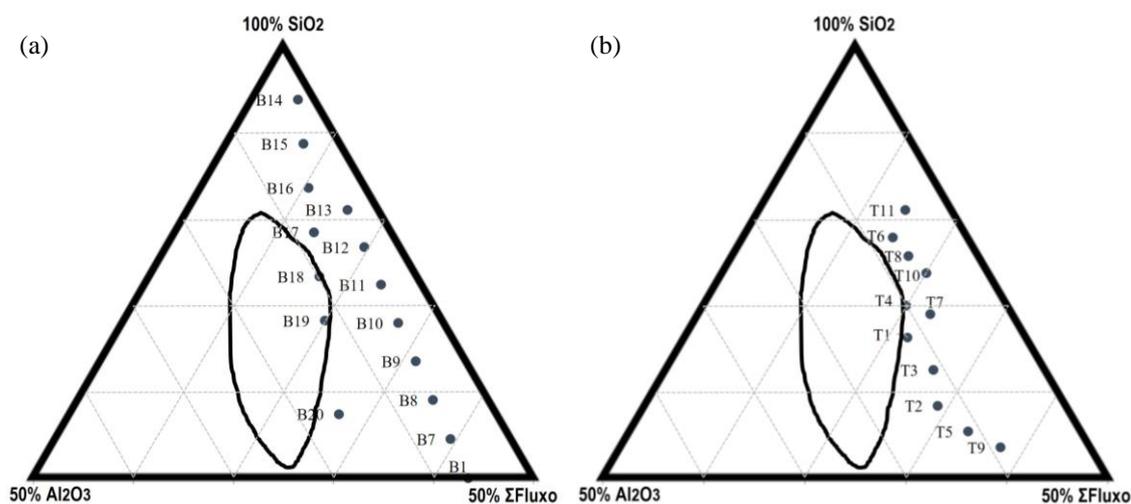


Figura 24 - Composição química das formulações. (a) Binárias, (b) Ternárias. Adaptado, Riley (1951).

De modo geral, o baixo teor de Al₂O₃, identificado em RCW e DW, impediu uma maior aproximação entre as amostras e a região expansível. Portanto, é possível que uma grande parte das amostras não alcance uma viscosidade adequada para a captura dos gases

durante a etapa de sinterização (Riley, 1951), (Liu *et al.*, 2018a). Contudo, estudos anteriores apontam que uma composição mineralógica adequada pode remediar esta deficiência, suprindo uma certa carência dos aluminossilicatos (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

Cabe ressaltar que as amostras B2, B3, B4, B5 e B6 não foram apresentadas no diagrama de Riley (Figura 24a), porque apresentaram um teor de sílica menor do que o contemplado no gráfico em questão. Além disso, os dados de microestrutura e perda de massa foram levados em consideração, a fim de avaliar, respectivamente, a trabalhabilidade das misturas e o comportamento térmico das formulações durante a sinterização. Por fim, foram realizados testes de queima em cada uma das formulações desenvolvidas, visando analisar a eficácia do protocolo de dosagem elaborado.

4.2.1.4 Homogeneização e conformação dos agregados

A técnica aplicada para mistura e conformação das amostras é baseada no trabalho de Souza (2019). Nesta etapa, as matérias-primas foram aplicadas de forma exclusiva ou utilizadas em combinações binárias, ou ternárias, de acordo com cada formulação elaborada. Os materiais foram homogeneizados manualmente. A quantidade de água utilizada em cada mistura foi definida de forma prévia, visando obter amostras com um comportamento plástico apropriado para a moldagem dos grânulos. Inicialmente, a conformação dos grânulos ocorreu de forma manual, resultando em pelotas aproximadamente esféricas. A Figura 25 apresenta o aspecto das amostras cruas após a etapa de homogeneização e conformação dos grânulos.



Figura 25 - Aspecto das amostras após homogeneização e conformação

4.2.1.5 *Secagem e Sinterização dos grânulos*

Após a etapa de conformação dos agregados, os grânulos crus foram secos por 24h em temperatura ambiente e, em seguida, colocados em estufa a 110 ± 5 °C até atingirem constância de massa. Posteriormente, as amostras foram sinterizadas desde a temperatura ambiente até as faixas de temperaturas de 1100, 1150, 1200 e 1250 °C, sempre a uma taxa de aquecimento de 8 °C/min e com um patamar isotérmico de 15min. Por fim, os grânulos foram arrefecidos naturalmente até atingirem a temperatura ambiente, em seguida armazenados e, quando necessário, utilizados nas demais etapas da pesquisa.

Para sinterização das amostras, foi utilizado um forno de câmara trifásico JUNG, modelo TB9665 (Figura 26). O equipamento opera em temperaturas de até 1250 °C, pertence à UFRN e sua utilização foi autorizada pelo laboratório multiusuário de nutrição animal da Escola Agrícola de Jundiaí (EAJ). Destaca-se que tal instrumento já foi utilizado em pesquisas sobre LWAs (Souza, 2019).



Figura 26 - Forno de câmara usado na pesquisa

4.2.1.6 *Caracterização dos agregados leves*

Conforme apresentado na Tabela 12, diversas análises de caracterização foram realizadas nos espécimes elaborados neste estudo. A determinação das principais propriedades de cada uma das misturas permitiu avaliar a adequação dos resíduos testados para produção de agregados leves e as principais influências destes resíduos em cada uma destas propriedades. Além disso, os resultados destes ensaios permitiram identificar as amostras com maior potencialidade para produção de agregados leves e as perspectivas de utilização das demais amostras.

Tabela 12 - Ensaios de caracterização das amostras produzidas.

Determinação	Referências
Absorção de água (WA_{24H})	NBR 16917 (ABNT, 2021)
Análise térmica (TG)	-
Densidade (ρ_d)	NBR 16917 (ABNT, 2021)
Densidade real (D_r)	ME 093 (DNER, 1994)
Índice de inchaço (BI)	Huang; Wang (2013)
Microestrutura (MEV)	-
Mineralogia (DRX)	-
Perda de massa (LOI)	Li <i>et al.</i> (2016)
Porosidade	Moreno-Maroto <i>et al.</i> (2020)
Resistência ao esmagamento (S)	Li <i>et al.</i> (2000)

4.2.1.6.1 Índice de inchaço (BI)

A avaliação do fenômeno de inchaço é frequentemente utilizada como ponto-chave das discussões em pesquisas relacionadas à produção de agregados leves. De modo geral, a expansão das amostras exerce uma forte influência sobre propriedades essenciais dos LWAs, como, por exemplo: densidade, porosidade, absorção de água e resistência mecânica (Molinari *et al.*, 2020). Neste estudo, o controle do inchaço foi analisado a partir da variação do volume médio das partículas, antes da queima da amostra (V1) e após o processo de sinterização (V2), seguindo a Equação 2:

$$BI = 100 (V2 - V1) / V1 (\%) \quad (2)$$

Cabe ressaltar que os resultados obtidos nesta análise representam os dados de índice de inchaço de cada uma das formulações elaboradas em cada uma das temperaturas de sinterização adotadas. Também é importante destacar que o volume inicial e final de cada agregado foi calculado pela fórmula da esfera, usando a média de três distintas medições do diâmetro do grânulo. Tais medições foram realizadas com o auxílio de um paquímetro digital.

4.2.1.6.2 Perda de massa (LOI)

A porcentagem de perda de massa (LOI) foi determinada a partir da Equação 1, apresentada anteriormente. Tal índice foi calculado a partir da diferença entre a massa da

amostra seca em estufa a 110 ± 5 °C (Mi) e a massa da respectiva amostra após o processo de sinterização.

4.2.1.6.3 Densidade de partículas (ρ_d)

A densidade de partículas das amostras (ρ_d) foi avaliada de acordo com os métodos descritos na norma brasileira NBR 16917 (ABNT, 2021). Neste ensaio, os grânulos foram despejados em uma bandeja e cobertos com água, mantendo-se nessa condição por 24 h. Em seguida, a amostra era retirada, enxugada e pesada na condição saturada superfície seca (mB). Depois, a amostra era submersa em água para determinação da massa da amostra submersa em água (mC). Por fim, o material era seco em estufa, até obter uma massa constante, e pesado para definição da massa da amostra seca (mA). Dessa forma, a densidade de partículas era então calculada usando a Equação 3:

$$\rho_d = \frac{mA}{(mB - mC)} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (3)$$

A partir dos resultados encontrados, também foi possível determinar a densidade das amostras secas, excluindo-se os poros permeáveis (ρ_s), através da Equação 4 abaixo:

$$\rho_s = \frac{mA}{(mA - mC)} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (4)$$

Os testes foram realizados no laboratório de mecânica dos solos do IFRN, usando duas balanças eletrônicas com capacidade máxima de 1000 gramas, sensibilidade de 0,1 grama (Figura 27).

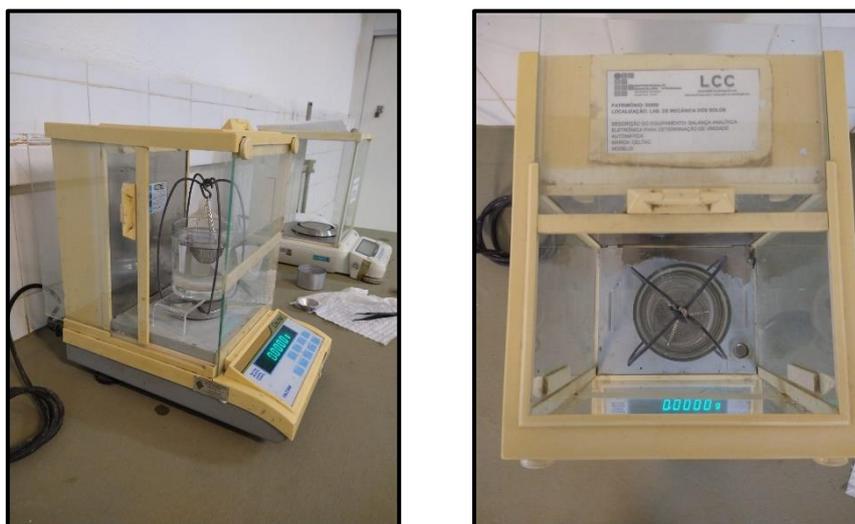


Figura 27 - Balança usada na determinação da massa submersa.

4.2.1.6.4 Densidade real e Porosidade

A densidade real das amostras (D_t) foi determinada por picnometria a água com base nas recomendações descritas na ME 093 (DNER, 1994). Para a execução deste ensaio as amostras foram trituradas até a obtenção de frações passantes em uma peneira com abertura de 150 μm e em seguida secas em estufa até obter uma massa constante. Inicialmente, determinou-se a massa do picnômetro vazio (P1), depois a amostra beneficiada foi inserida no picnômetro para determinação da massa do picnômetro mais amostra (P2). Posteriormente, adicionou-se água destilada ao picnômetro até cobrir a amostra. Logo depois, o picnômetro foi aquecido, visando expulsar o ar existente entre as partículas, a partir da ebulição da água destilada. Após as etapas de arrefecimento, adição de água e banho termorregulador, o aparelho foi novamente pesado para definição da massa do picnômetro mais amostra mais água (P3). A seguir, a amostra foi removida do picnômetro e completamente preenchida com água destilada, para determinação da massa picnômetro mais água (P4). Por fim, A densidade real foi determinada através da Equação 5:

$$D_t = (P2 - P1) / [(P4 - P1) - (P3 - P2)] \quad (5)$$

As análises de porosidade das amostras seguiram a metodologia comumente adotada em estudos anteriores (Moreno-Maroto *et al.*, 2020), (Cobo-Ceacero *et al.*, 2023). Assim, para cada uma das amostras elaboradas, a porosidade total (P_T), a porosidade aberta (P_O) e a porosidade fechada (P_C) foram calculadas conforme as equações 6, 7 e 8 a seguir:

$$P_T = 100 [1 - (\rho d / D_t)] (\%) \quad (6)$$

$$P_O = 100 [1 - (\rho d / \rho s)] (\%) \quad (7)$$

$$P_C = P_T - P_O \quad (\%) \quad (8)$$

Onde, ρd = Densidade de partículas da amostra e D_t = Densidade Real da amostra e ρs = Densidade da amostra seca, excluindo-se os poros permeáveis.

Os ensaios de densidade real foram realizados no laboratório de pavimentação da Diretoria Acadêmica de Construção Civil do IFRN/CNAT. Parte dos procedimentos adotados neste ensaio é apresentada na Figura 28.



Figura 28 - Procedimentos adotados no ensaio de densidade real.

4.2.1.6.5 Absorção de água (WA_{24H})

Os testes de absorção de água foram realizados com base nos procedimentos descritos na NBR 16917 - Agregado graúdo - Determinação da densidade e da absorção de água (ABNT, 2021). Neste ensaio, as amostras foram secas em estufa por 24 h, lavadas para remoção de pó e em seguida imersas em água potável durante (24 ± 4) h. Logo depois, as amostras eram retiradas da água e enxugadas com auxílio de um pano absorvente. A massa da amostra na condição saturada superfície seca (mB) era determinada imediatamente após a secagem em questão. Posteriormente, as amostras foram secas em estufa até a constância de massa e o peso de seus grânulos secos (mA) eram aferidos pesadas. Por fim, a absorção de água (WA_{24H}) de cada uma das amostras foi calculada utilizando a Equação 9:

$$WA_{24H} = 100 (mB - mA) / mA \quad (\%) \quad (9)$$

4.2.1.6.6 Resistência ao esmagamento (S)

A resistência ao esmagamento dos grânulos (S) foi determinada individualmente, com auxílio de uma prensa hidráulica manual tipo CBR/Marshall da Pavitest. O equipamento em questão possui uma capacidade de carga de até 5.000 kgf e já foi aplicado em pesquisas sobre LWAs, com tal finalidade (Souza, 2019). Neste ensaio, as amostras foram inseridas, individualmente, entre um punção e o prato da prensa. Em seguida, o grânulo era submetido a uma carga linearmente crescente, até atingir o ponto de falha. Conforme a Equação 10, a partir da carga máxima aplicada no momento da falha (P_c) e do diâmetro da partícula aproximadamente esférica (x) foi possível determinar a resistência ao esmagamento individual do grânulo. Posteriormente, o resultado de S foi obtido a partir da média dos resultados encontrados em três amostras extraídas de uma mesma formulação e queimadas a uma mesma temperatura.

$$S = 2.8P_c / \pi x^2 \text{ (MPa)} \quad (10)$$

Cabe destacar que tal metodologia é frequentemente utilizada em trabalhos relacionados a fabricação de agregados leves e que seus resultados apresentam uma forte equivalência com os dados observados no ensaio de compressão em um colchão cilíndrico de partículas (Li *et al.*, 2000), (Souza, 2019), (Nguyen *et al.*, 2021). A Figura 29 apresenta a prensa utilizada neste ensaio, o equipamento pertence ao IFRN e está alocado no laboratório de mecânica dos solos da DIACON.



Figura 29 - Prensa utilizada na determinação da resistência ao esmagamento dos LWAs.

4.2.1.6.7 Mineralogia das amostras (DRX)

As análises mineralógicas de algumas amostras sinterizadas também foram realizadas com o difratômetro de raios-x, pertencente ao LACAM/DIAREN/IFRN. Neste ensaio os grânulos foram pulverizados até obter frações granulométricas inferiores a 0,075 mm e as condições empregadas foram as mesmas aplicadas durante a caracterização das matérias-primas: (a) radiação Cu K α a 40 mA e 40 kV, (b) faixa de varredura de 10 a 80° (2 θ), (c) passo angular de 0,02° e (d) velocidade de varredura de 1,20° por minuto.

A quantidade exaustiva de amostras desenvolvidas e as limitações do difratômetro utilizado impossibilitaram a determinação da mineralogia de todos os espécimes elaborados neste estudo. Dessa forma, as análises de composição mineralógica foram realizadas apenas em quatro amostras, com resultados mais significativos.

4.2.1.6.8 Análise térmica

O comportamento térmico de algumas amostras cruas foi avaliado com auxílio de um analisador termogravimétrico simultâneo (Shimadzu DTG-60), pertencente ao laboratório de propriedades físicas dos materiais cerâmicos (LAPFIMC) da UFRN. Neste ensaio, os grânulos crus, secos em estufa por 24h a uma temperatura de 110 \pm 5 °C foram pulverizados e acondicionados em eppendorf. A massa reservada para cada amostra foi de aproximadamente 10 g. As condições empregadas para análise da decomposição das amostras seguem o padrão utilizado em estudos anteriores: (a) faixa de aquecimento de 30 °C a 1200 °C, (b) taxa de aquecimento de 8 °C/min, (c) ambiente em gás nitrogênio, (d) Isoterma por 15 min. (Souza, 2019).

Assim como nas análises de composição mineralógica, também não foi possível avaliar o comportamento térmico de todas as amostras elaboradas. Por isso, as análises térmicas foram realizadas em apenas dois exemplares. Vale ressaltar que os espécimes utilizados neste ensaio continham a mesma formulação dos agregados encaminhados para o ensaio de DRX.

4.2.1.6.9 Microestrutura (MEV)

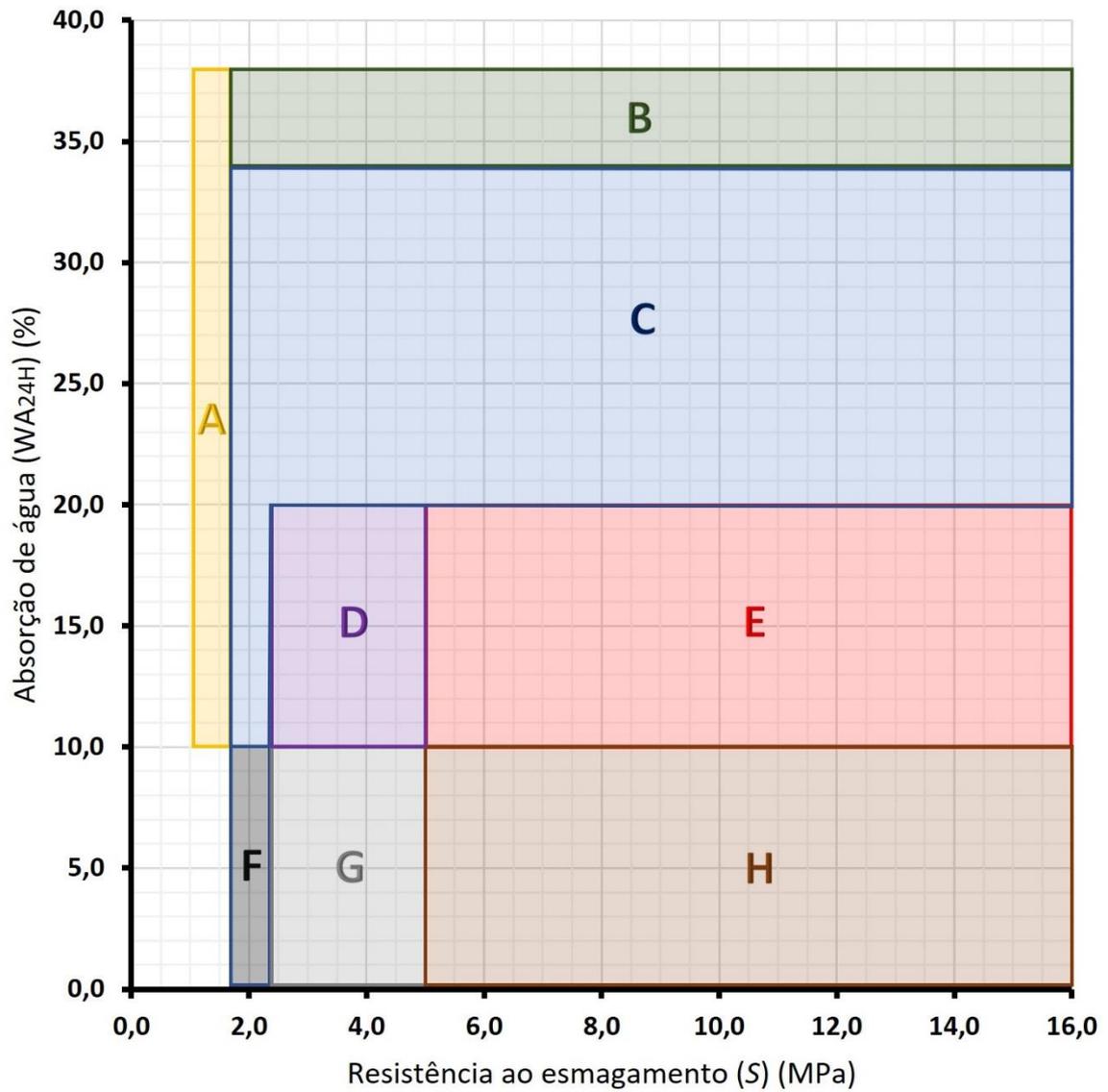
Alguns fatores que afetam as principais propriedades dos agregados leves podem ser analisados a partir de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Durante a avaliação da estrutura porosa da amostra, buscou-se compreender a distribuição e o tamanho dos poros, a morfologia e a superfície de algumas amostras. Novamente, a grande quantidade

de amostras elaboradas e as limitações do equipamento utilizado impossibilitaram a avaliação microestrutural de todos os LWAs elaborados neste estudo. Por isso, foram selecionadas as quatro misturas, as mesmas avaliadas nos ensaios de DRX, queimadas em três temperaturas distintas 1150, 1200 e 1250 °C. Destaca-se que as análises de MEV foram realizadas no LACAM/IFRN e que todos os espécimes utilizados são oriundos do ensaio de resistência ao esmagamento.

4.2.2 Potencialidades dos materiais fabricados

Em um trabalho recente, Souza (2019) avaliou as potencialidades comerciais de agregados leves fabricados com resíduos. Neste estudo, a análise em questão foi conduzida por meio de três parâmetros de classificação, elaborados com base nos dados de densidade, resistência mecânica e absorção de água. Segundo o autor, o tratamento de dados extraídos de catálogos de LWAs comerciais, de normas técnicas e da literatura pertinente resultou na criação de cinco possíveis grupos de aplicação de agregados leves. Uma metodologia semelhante já foi adotada em estudos anteriores (González-Corrochano *et al.*, 2009) e replicada em trabalhos subsequentes (Souza *et al.*, 2020). Contudo, a aplicação destes parâmetros em muitas amostras tende a resultar em um banco de dados exaustivo e de difícil compreensão.

Dessa forma, visando tornar mais simples a apresentação dos parâmetros de categorização e o entendimento dos resultados, a representação gráfica da metodologia proposta por Souza (2019) foi redesenhada em um diagrama de apenas dois parâmetros: Resistência à compressão (S) *versus* Absorção de água (WA_{24H}). Isto é possível porque o critério de densidade de partículas é o mesmo para todos os possíveis grupos de aplicação de LWAs comerciais (ρ_d inferior a 2,00 g/cm³). A Figura 30 apresenta o diagrama de potencialidades comerciais de LWAs com suas respectivas regiões de utilização.



APLICAÇÕES	A	B	C	D	E	F	G	H
Concreto de alta resistência					X			X
Concreto leve estrutural				X	X		X	X
Concreto leve não estrutural, Argamassas leves			X	X	X	X	X	X
Aplicações geotécnicas		X	X	X	X			
Jardinagem e paisagismo, Isolamento térmico e acústico	X	X	X	X	X			

Figura 30 - Diagrama de potencialidades comerciais para os agregados leves fabricados.

Adaptado, Souza (2019).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização das matérias-primas

5.1.1 Composição granulométrica

A Figura 31 apresenta a distribuição do tamanho de partículas de RC, RCW, DW e dos limites granulométricos ideais, preestabelecidos por Cougny (1990). Segundo Dondi *et al.* (2016), LWAs com melhores desempenhos tecnológicos e de expansibilidade podem ser obtidos a partir da adequação das amostras em tal faixa de distribuição granulométrica. Nesse contexto, as partículas mais finas tendem a potencializar o aprisionamento dos gases e a cinética de sinterização da mistura, enquanto os grãos mais grossos auxiliam o processo de homogeneização da massa crua (Cougny, 1990), (Dondi *et al.*, 2016).

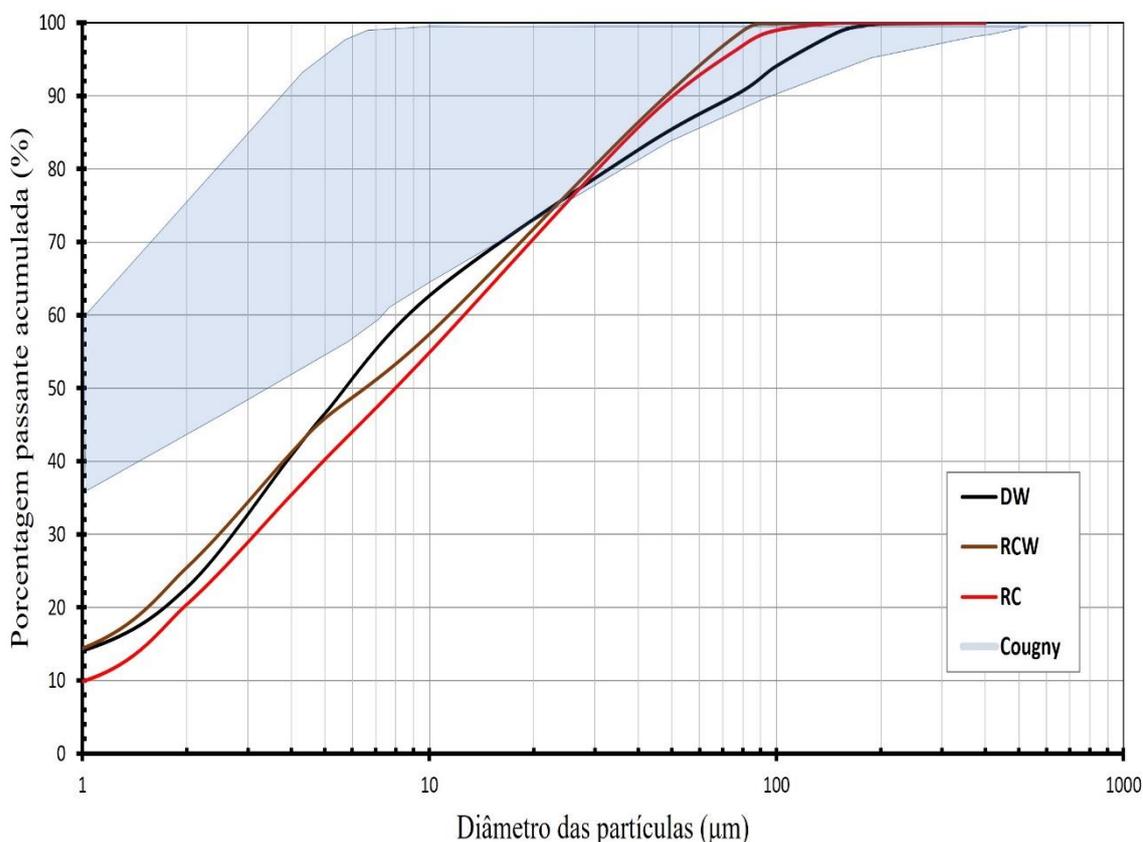


Figura 31 - Composição granulométrica da argila vermelha (RC), do resíduo cerâmico (RCW) e do resíduo de diatomita (DW).

De acordo com a Figura 31, a argila vermelha exibiu um diâmetro médio de partículas de 17,60 μm. Além disso, o material apresentou os seguintes percentuais de partículas: $D_{10} = 1,01$ μm, $D_{50} = 8,35$ μm, $D_{90} = 49,78$ μm. Por sua vez, o resíduo da cerâmica vermelha

demonstrou um diâmetro médio de 15,77 μm , $D_{10} = 0,69 \mu\text{m}$, $D_{50} = 6,64 \mu\text{m}$, $D_{90} = 45,98 \mu\text{m}$. Por fim, os resultados encontrados para o resíduo de diatomita foram: $D_{10} = 0,38 \mu\text{m}$, $D_{50} = 5,83 \mu\text{m}$, $D_{90} = 76,36 \mu\text{m}$ e diâmetro médio = 21,80 μm .

Em todos os materiais analisados, a maior parte da curva granulométrica ficou localizada fora da região ideal. Contudo, segundo Cougny (1990), ainda assim é possível que ocorra a expansão dos grânulos, desde que a amostra apresente uma composição química apropriada. O autor também destaca que tal resultado pode comprometer o desempenho tecnológico do material fabricado. De modo geral, os materiais de partida possuem grãos grossos em excesso. Segundo Dondi *et al.* (2016), esta característica pode: (a) retardar a formação de fase líquida e a liberação de gases, (b) tornar a superfície dos agregados mais rugosa e (c) reduzir a densidade aparente.

5.1.2 Composição mineralógica

A Figura 32 apresenta a mineralogia da argila vermelha utilizada neste estudo, obtida a partir de análises por difração de raios-x.

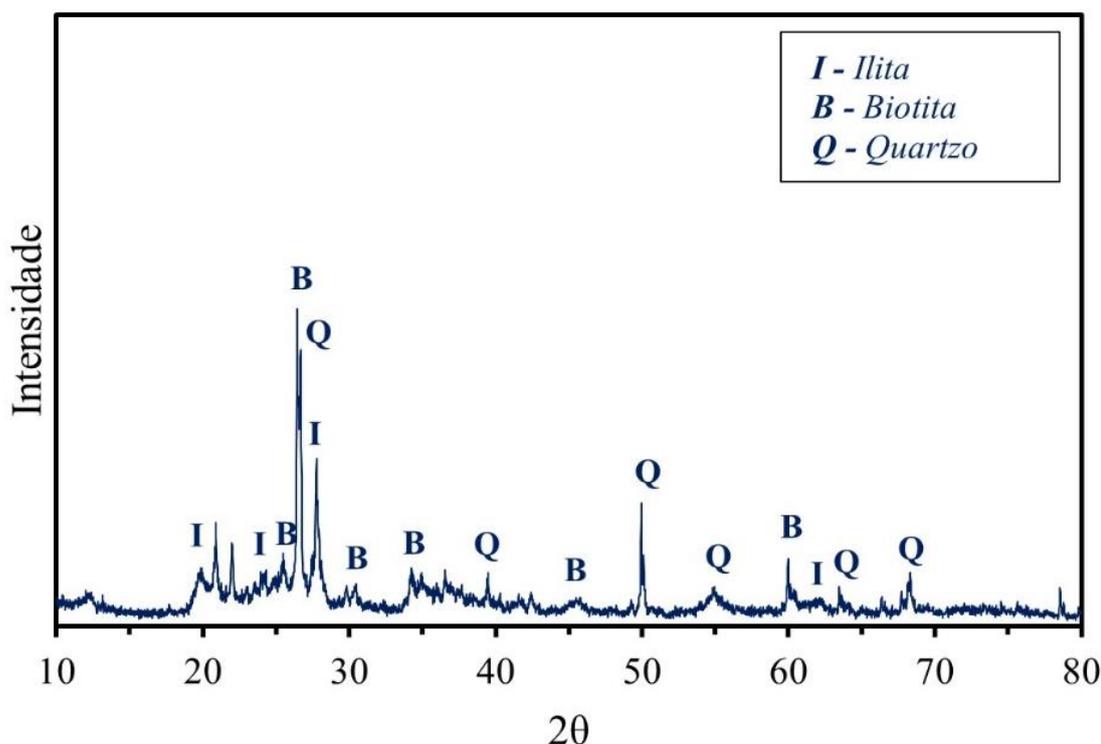


Figura 32 - Padrão de difração de DRX da argila vermelha (RC).

O material em questão é composto principalmente por biotita, illita e quartzo. Estes dados reforçam o resultado da composição química, obtida na análise de FRX (Tabela 9).

Após a identificação da mineralogia dos resíduos testados, a adição de argila na elaboração de misturas pode promover uma correção químico-mineralógica das amostras, resultando em grânulos com proporções significativas de argilominerais. Estudos apontam que argilas ilíticas favorecem a expansão dos grânulos, formam uma quantidade significativa de fase líquida, são eficazes no aprisionamento de gases e colaboram para o desenvolvimento da resistência mecânica dos LWAs (Riley, 1951), (Dondi *et al.*, 2016), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

A composição mineralógica do resíduo da cerâmica vermelha é apresentada a seguir por meio da Figura 33.

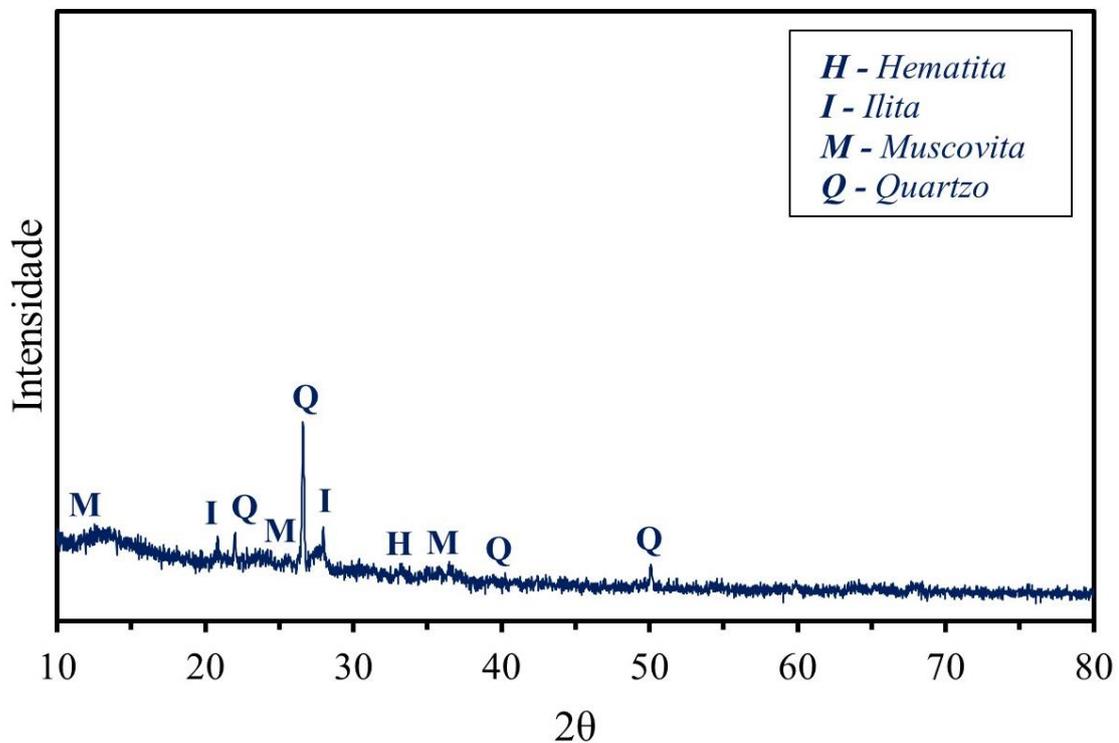


Figura 33 - Padrão de difração de DRX do resíduo cerâmico (RCW).

As principais fases encontradas no RCW são: hematita, ilita, muscovita e quartzo. Isto é coerente com os dados obtidos no ensaio de FRX. Contudo, estas características não são absolutamente idênticas às apresentadas em outros estudos (Sarkar; Dana, 2021), (Tremiño *et al.*, 2021), (Zhang *et al.*, 2021). Segundo Lasseguette *et al.* (2019), esta variabilidade na composição mineralógica do RCW está ligada, principalmente, à origem da matéria-prima e ao método de fabricação do elemento cerâmico. Os resultados encontrados reforçam a tese de que o RCW possui um potencial significativo para fabricação de LWAs, pois os minerais identificados neste resíduo são frequentemente atribuídos ao controle da

viscosidade da fase líquida e a geração de gases durante a sinterização dos grânulos (Riley, 1951), (Ayati *et al.*, 2018), (Souza, 2019).

A Figura 34 exibe o padrão de difração de DRX do resíduo de diatomita.

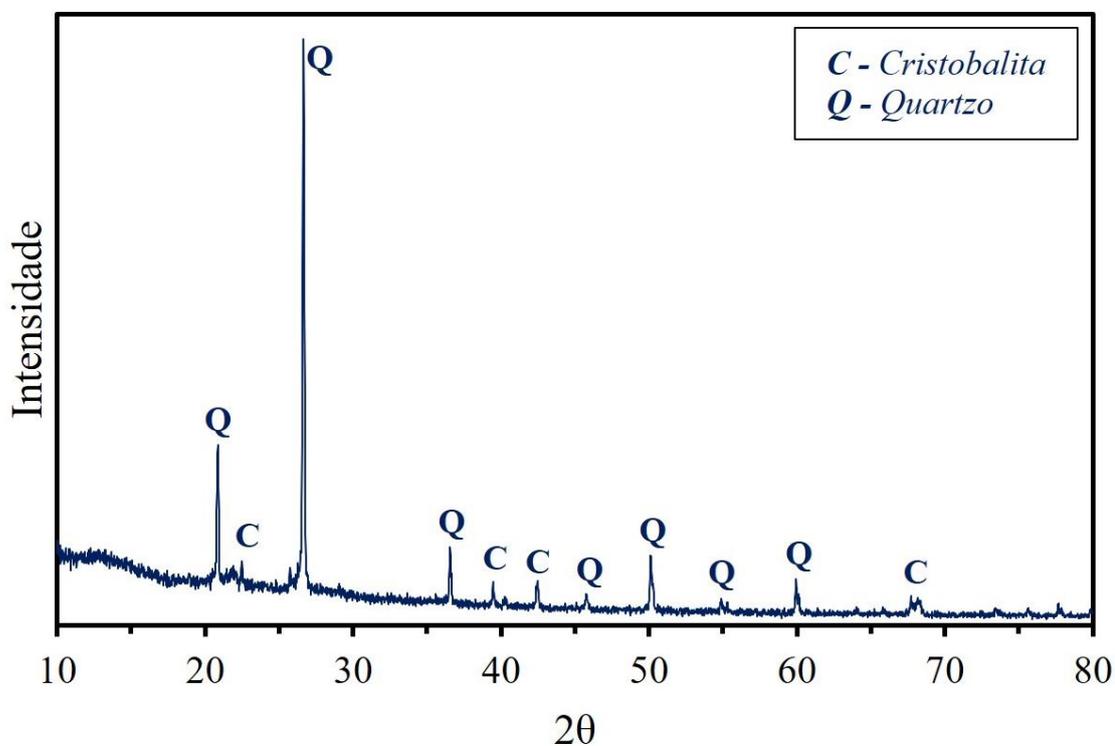


Figura 34 - Padrão de difração de DRX do resíduo de diatomita (DW).

Conforme apresentado, as únicas fases cristalinas identificadas no DW foram a cristobalita e o quartzo, sendo este último denotado por alguns sinais de alta intensidade. Tal resultado corrobora com o alto teor de SiO₂ encontrado nas análises de FRX, e é similar aos dados apresentados em estudos anteriores (Costa, 2017), (Galán-Arboledas *et al.*, 2017). A partir dos resultados, é possível supor que o DW pode potencializar o aprisionamento dos gases durante a sinterização dos grânulos, colaborando para a elaboração de misturas com uma viscosidade adequada para tal finalidade (Riley, 1951).

5.1.3 Perda de massa

Os materiais de partida também foram submetidos à análise TGA-DTA e os seus respectivos resultados são apresentados a seguir. No tocante à argila vermelha (Figura 35), nota-se uma perda de massa de aproximadamente 4,69% a 100 °C. Isto pode ser atribuído à evaporação da água adsorvida. Uma significativa perda de massa, aproximadamente 8,88%, também é notada na faixa de 100 a 700 °C. Segundo Souza (2019), tal comportamento está relacionado com a combustão de matéria orgânica, a decomposição dos carbonatos e a

desidroxilação de ilita. Para um patamar de aquecimento de 1250 °C, analisado de forma complementar, a argila vermelha apresentou uma perda de massa total maior do que 16,0%. De acordo com Souza (2019), isto favorece a liberação de gases oriundos da decomposição da ilita e de reações com o Fe₂O₃.

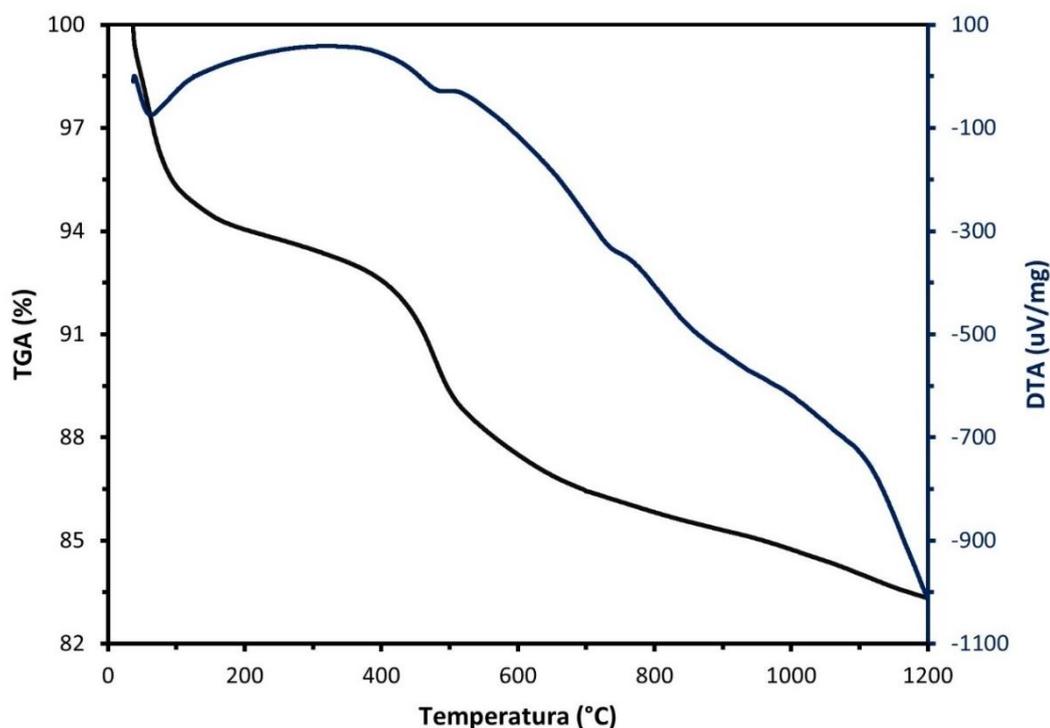


Figura 35 - Análise térmica simultânea (STA) da argila vermelha (RC).

Conforme a Figura 36, a perda de massa total, identificada em RCW a 1000 °C, foi significativamente menor do que a encontrada em RC (1,30% em massa). Até esta faixa de temperatura, o RCW apresenta uma significativa estabilidade térmica. Tal fato é explicado pela similaridade entre a temperatura adotada nos testes de perda de massa e no processo de fabricação dos componentes cerâmicos. Dessa forma, alguns fenômenos termogravimétricos oriundos da argila, como, por exemplo, a decomposição de carbonatos, ocorreram durante o processamento industrial. A análise complementar de perda de massa revelou uma redução total no peso de RCW de 1,93%, quando o material é submetido a uma faixa de temperatura de 1250 °C. Este resultado pode ser atribuído a dissociação da estrutura cristalina da muscovita e da ilita, ambas encontradas na mineralogia do RCW (Figura 33). Dessa forma, é possível supor que RCW possui algum potencial para a produção de gases (Riley, 1951).

De forma análoga ao RCW, o DW também apresentou uma forte estabilidade termogravimétrica (Figura 37). Isto decorre da temperatura adotada no processo de beneficiamento da diatomita. No caso do DW a perda de massa total a 1000 °C foi de aproximadamente 2,30%. De acordo com Souza (2019), parte deste comportamento pode

estar relacionada à transformação de quartzo α em quartzo β . Os resultados complementares apontam um acréscimo de 0,51% na perda de massa do DW, quando o material é sinterizado a 1250 °C. Isto denota um menor potencial para geração simultânea de fase líquida e de bolhas de gás, quando comparado com os demais materiais testados.

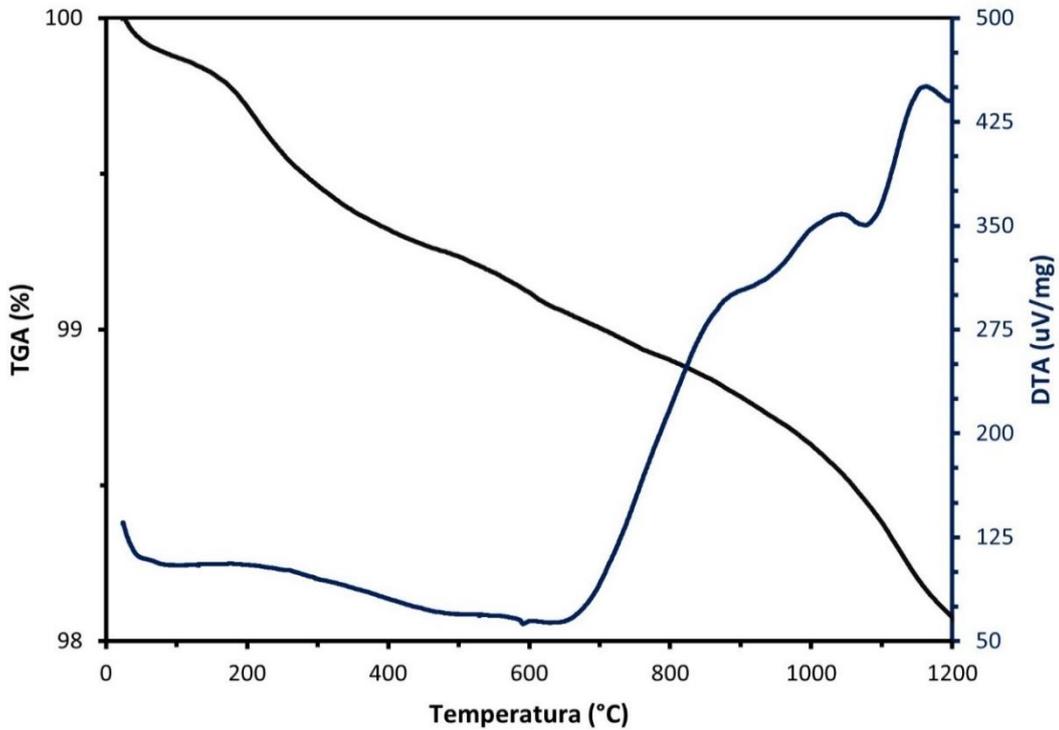


Figura 36 - Análise térmica simultânea (STA) do resíduo cerâmico (RCW).

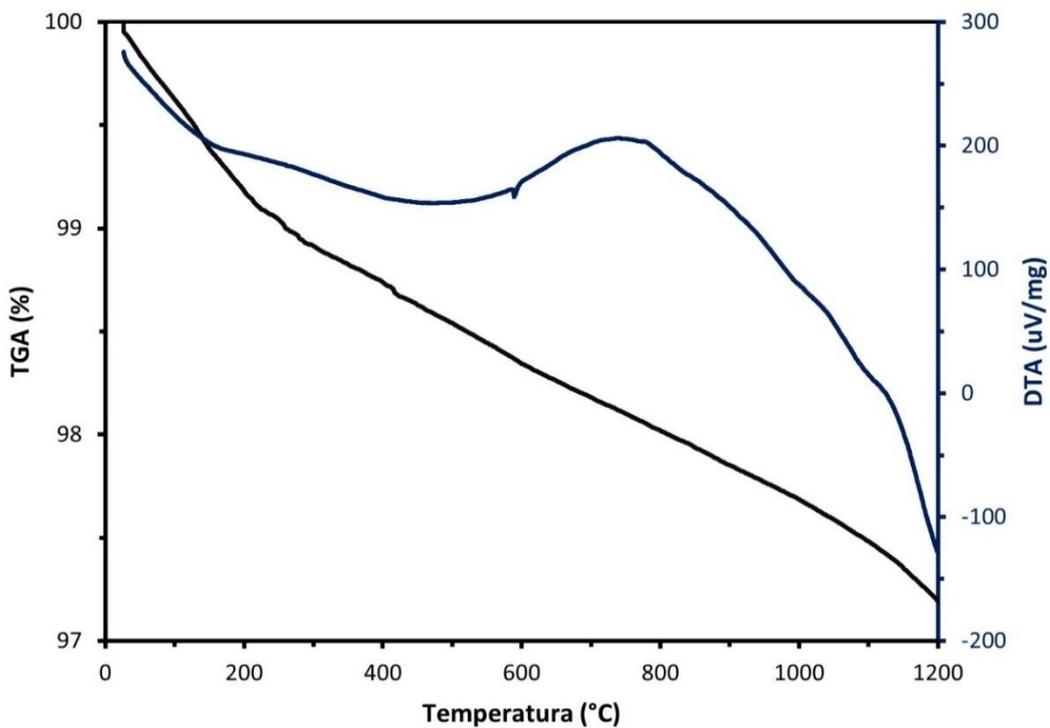


Figura 37 - Análise térmica simultânea (STA) do resíduo de diatomita (DW).

5.1.4 Microestrutura

A Figura 38 mostra que as partículas de argila vermelha, examinadas por microscopia eletrônica de varredura, são compostas por grãos irregulares, com textura áspera e granulometria fina. De modo geral, uma superfície mais rugosa tende a prejudicar a trabalhabilidade das misturas durante a elaboração de LWAs. Contudo, segundo Souza (2019), a argila vermelha apresenta uma plasticidade adequada para conformação dos grânulos, quando misturada com água nas proporções apropriadas.

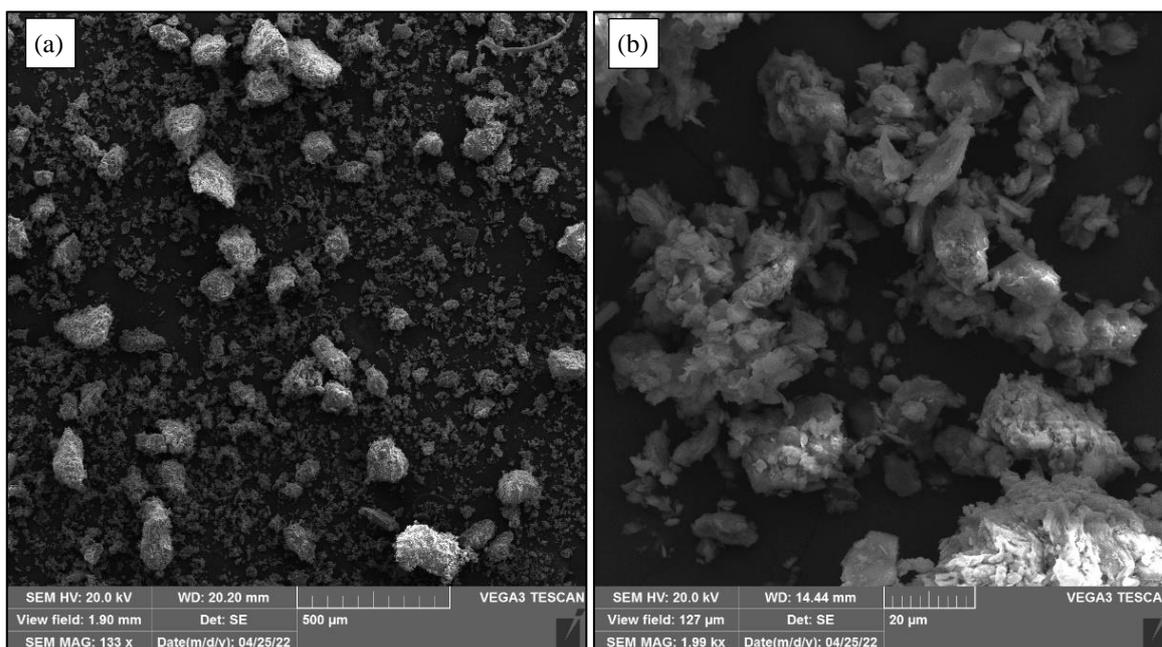


Figura 38 - Morfologia da argila vermelha (RC): (a) 133x e (b) 1990x.

Para entender melhor a influência da proporção dos materiais de partida na trabalhabilidade das misturas, o estudo em questão investigou o efeito dos teores de RC, RCW e DW sobre a quantidade de água necessária em cada uma das misturas elaboradas. De forma geral, a compreensão deste fenômeno é facilitada ao se analisar os resultados das misturas binárias. Assim sendo, pode-se ver a partir da Figura 39 que, tanto nas amostras RCW + RC quanto nas misturas RC + DW, existe uma forte correlação negativa entre o teor de argila utilizada e a porção de água necessária na mistura. Em outras palavras, a utilização de argila melhorou a trabalhabilidade das amostras, de modo que, à medida que a quantidade de argila aumenta, o teor de água necessário para mistura diminui. A partir dos dados apresentados, também é possível inferir que a adição de DW é mais prejudicial à trabalhabilidade do que o incremento de RCW.

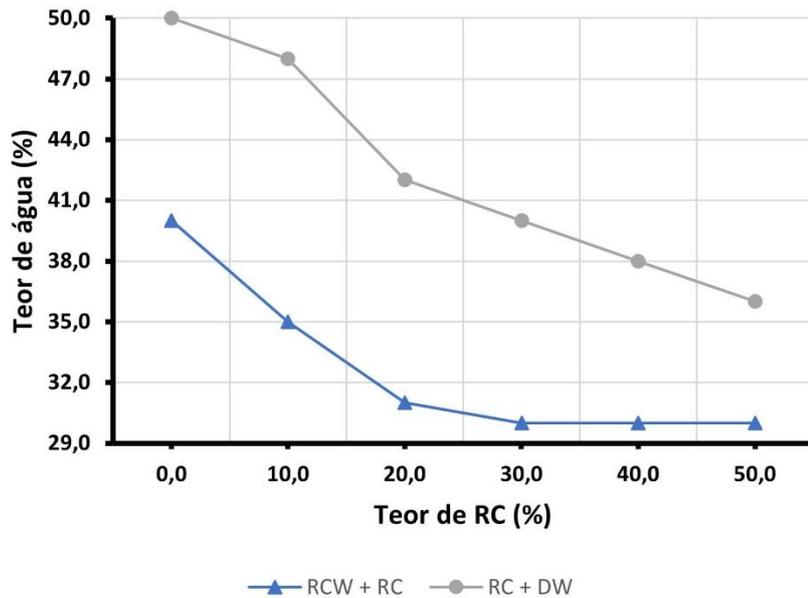


Figura 39 - Influência do RC no teor de água adicionado a mistura.

A Figura 40 mostra que o resíduo da cerâmica vermelha consiste em partículas porosas com dimensões variadas, de formato irregular e com uma superfície áspera e angular. Tal morfologia é bem semelhante aos resultados encontrados em estudos anteriores (Dang *et al.*, 2018), (Jerônimo *et al.*, 2018), (Zhang *et al.*, 2021). Dessa forma, é possível pressupor que a utilização do RCW na elaboração de LWAs tende a dificultar a lubrificação da mistura, prejudicando assim a trabalhabilidade da amostra durante o processo de homogeneização (Lynn *et al.*, 2015).

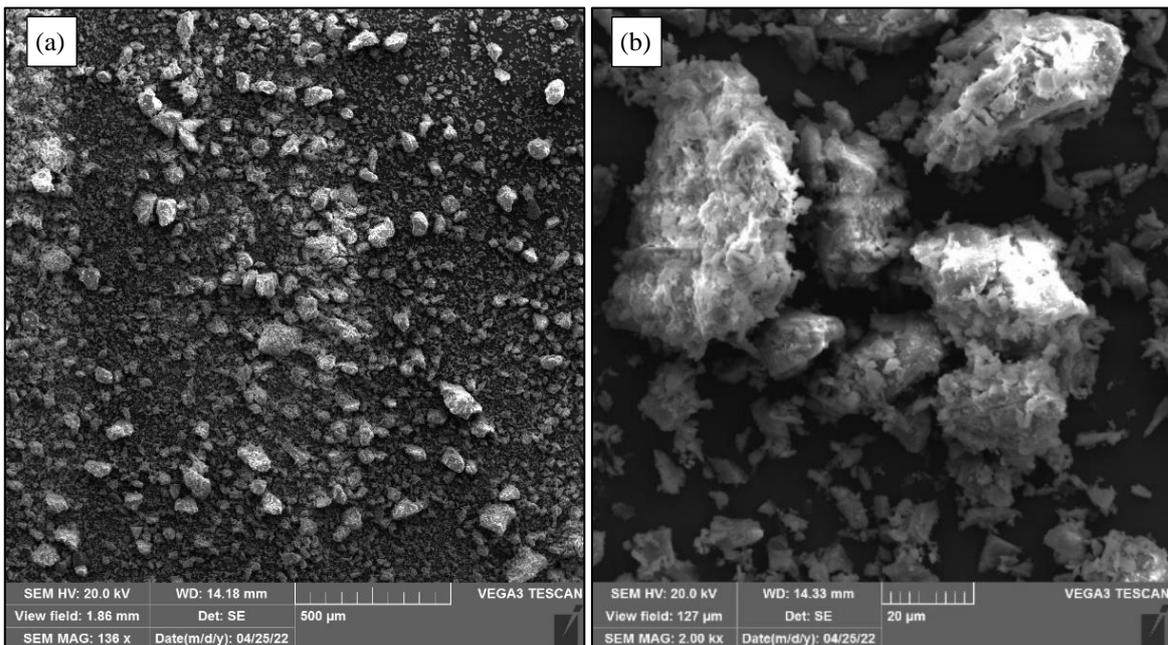


Figura 40 - Morfologia do resíduo da cerâmica vermelha (RCW): (a) 136x e (b) 2000x.

De fato, o incremento de RCW nas formulações tende a afetar a plasticidade das misturas. Conforme a Figura 41, o teor de água necessário nas misturas RCW + RC é diretamente proporcional ao teor de RCW adicionado. De forma geral, quanto maior o teor do RCW utilizado, maior foi a quantidade de água necessária para a mistura. No tocante às amostras elaboradas com RCW e DW nota-se maior dispersão nos resultados. Aparentemente, as misturas produzidas com 60 e 70% de RCW apresentaram melhor trabalhabilidade, o fato em questão pode estar relacionado à granulometria destas matérias-primas.

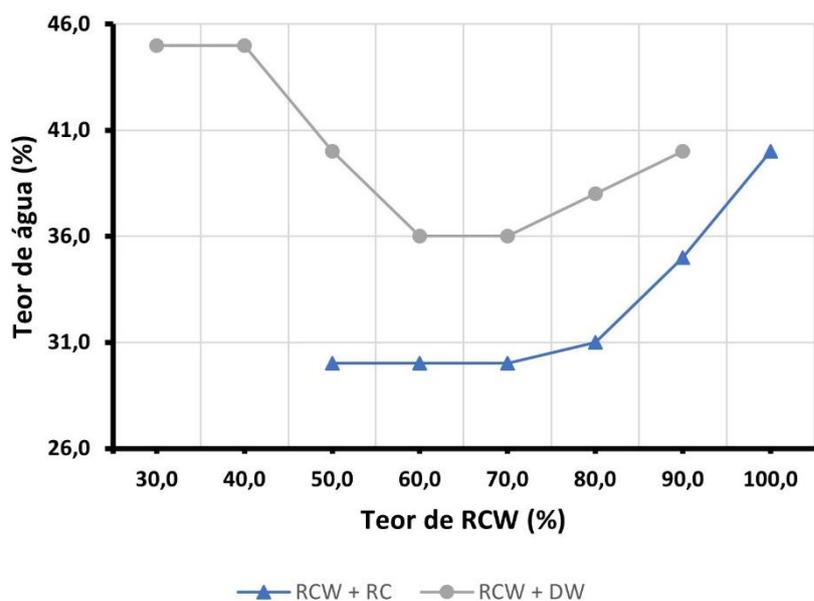


Figura 41 - Influência do RCW no teor de água adicionado a mistura.

A morfologia do resíduo de diatomita, apresentada na Figura 42, demonstra um material de caráter multifásico. Conforme a Figura 42a, é possível perceber que a amostra de DW possui grãos grandes, com textura lisa e formatos variados, juntamente com partículas pequenas de estrutura irregular e áspera. Aparentemente, as partículas maiores são sólidas, densas e formadas do quartzo contido na terra diatomácea. Por sua vez, a morfologia das partículas menores é constituída por uma estrutura altamente porosa em forma de cilindros, barcos e diatomáceas de cadeia reta (Figura 42b). Dessa forma, é possível presumir que a fase mais grossa do material tende a melhorar a trabalhabilidade da mistura e aumentar a densidade dos LWAs fabricados, enquanto a fase de granulometria mais fina influenciará estas propriedades de maneira completamente oposta.

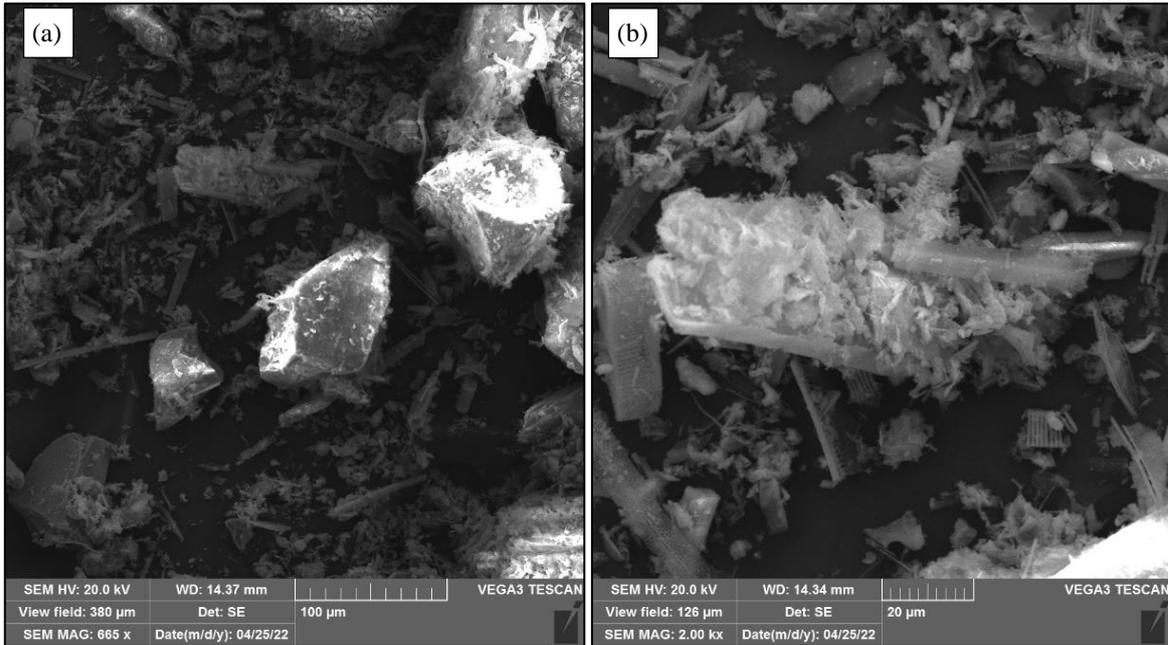


Figura 42 - Morfologia do resíduo de diatomita (DW): (a) 665x e (b) 2000x.

Conforme debatido anteriormente, de modo geral, a adição de DW prejudicou a trabalhabilidade das misturas. A partir de uma análise nos dados da curva RC + DW (Figura 43), é possível extrair que, em muitos dos casos, um aumento de 10% na quantidade de DW exige um incremento de aproximadamente 2% no teor de água necessário. Portanto, é importante considerar o teor de DW antes dos processos de formulação e homogeneização da amostra.

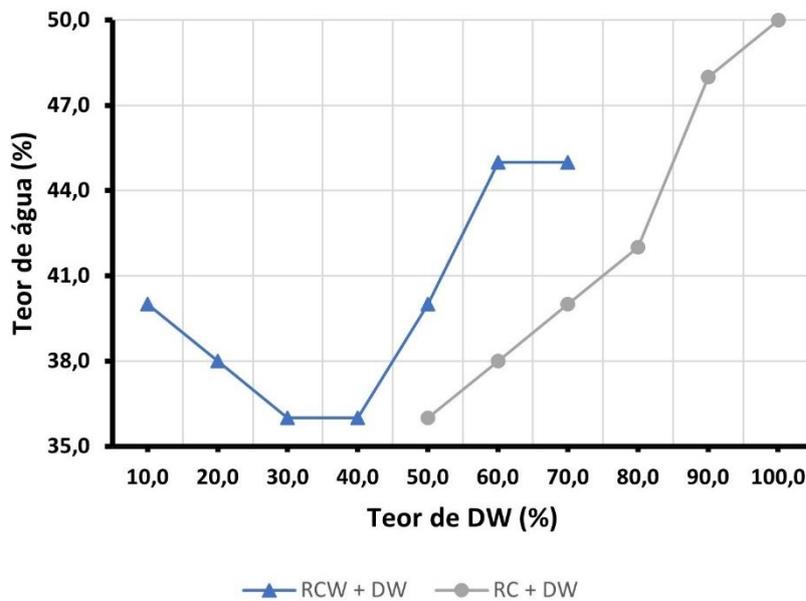


Figura 43 - Influência do DW no teor de água adicionado a mistura.

Por outro lado, nota-se uma correlação um pouco mais fraca ao se analisar os dados da curva RCW + DW (Figura 43). Os dados das misturas em questão apresentaram um coeficiente de determinação de 0,67, ou seja, 67% da variação do teor de água é explicada pelo teor de DW. Os dados encontrados confirmam que o teor de DW é um fator importante na determinação do teor de água e que, quanto maior o teor de DW, mais água será necessária para que a mistura atinja uma consistência adequada.

5.2 Caracterização dos agregados leves

5.2.1 Índice de inchaço (*BI*)

5.2.1.1 Amostras Binárias

A Tabela 13 apresenta os dados do índice de inchaço das 20 amostras binárias, sinterizadas em quatro temperaturas distintas. A partir da compilação dos dados, foi possível expor o comportamento das amostras frente à elevação de temperatura.

Analisando os resultados, é possível enxergar uma grande variabilidade entre os dados encontrados. Neste conjunto de amostras, o índice de inchaço variou de -43,5% a 48,3%, sendo identificado nas amostras B1 sinterizada a 1150 °C e B20 quando sinterizada a 1200 °C, respectivamente. De modo geral, percebe-se certo potencial para o inchaço, uma vez que 13 das 20 amostras elaboradas expandiram ($BI > 0$), em ao menos uma das temperaturas de sinterização adotadas. Os dados da Tabela 13 também revelam que a sinterização das amostras a 1250 °C foi, em média, mais eficaz ao inchaço do que as demais temperaturas aplicadas.

Ao se agrupar os resultados da Tabela 13 a partir dos conjuntos de misturas elaboradas pode-se perceber que: (a) a formulação B1, elaborada exclusivamente com RCW obteve um índice de expansão de quase 30%, quando calcinada a 1250 °C. Tal resultado denota um potencial deste resíduo para o fenômeno de expansão, (b) com exceção da amostra B2 a 1200 °C, todas as amostras elaboradas através da mistura de RCW e RC apresentaram inchaço quando sinterizadas a 1200 °C e 1250 °C. Assim, percebe-se certa sinergia entre os materiais em questão. (c) Invariavelmente, as amostras citadas não apresentaram composição química dentro dos parâmetros preestabelecidos por Riley (1951). Contudo, os resultados encontrados atestam que houve a formação de fase líquida com viscosidade adequada para o aprisionamento dos gases. Assim, é possível pressupor que a composição mineralógica deste grupo de amostra atuou como substituto da matriz aluminossilicato (Ayati *et al.*, 2018) e que a previsão de expansão a partir dos critérios químicos propostos por Riley (1951) não se adequa ao RCW (Dondi *et al.*, 2016).

Tabela 13 - Índice de inchaço e comportamento das misturas Binárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
B1	-22,5%	-43,5%	3,4%	29,4%	
B2	-29,5%	-23,2%	-6,7%	19,5%	
B3	-16,0%	-24,8%	7,9%	10,7%	
B4	-25,4%	-27,6%	7,8%	15,4%	
B5	-22,7%	-22,2%	17,0%	23,4%	
B6	-20,8%	-13,4%	15,7%	16,0%	
B7	-21,6%	-38,1%	1,7%	19,6%	
B8	-24,3%	-36,3%	-7,7%	0,3%	
B9	-18,6%	-31,4%	-28,6%	-4,4%	
B10	-20,8%	-32,4%	-31,7%	-8,5%	
B11	-18,1%	-19,8%	-26,9%	-25,3%	
B12	-16,8%	-18,6%	-19,9%	-24,5%	
B13	-8,5%	-17,0%	-7,6%	-15,1%	
B14	-5,2%	-1,4%	-5,1%	0,3%	
B15	2,1%	-0,4%	-0,6%	-7,5%	
B16	4,5%	-4,9%	-11,5%	-7,9%	
B17	1,5%	5,7%	-7,5%	-15,3%	
B18	-6,9%	-14,0%	-22,7%	-24,9%	
B19	-2,5%	-8,9%	-20,4%	-13,1%	
B20	-8,5%	28,2%	48,3%	36,0%	

Em contrapartida, os dados dos exemplares RCW + DW (Tabela 13) sugerem que existe uma correlação mais fraca entre os resíduos em questão, no que se refere ao potencial de inchaço. Excetuando-se as misturas B7 e B8, elaboradas com 90 e 80% de RCW, respectivamente, as demais formulações deste grupo apresentaram contração, independentemente da temperatura de sinterização adotada. Em algumas ocasiões, materiais com alto teor de sílica em sua composição, como no caso do DW, podem dificultar o

fenômeno de expansão das amostras devido a uma maior demora no processo de vitrificação da superfície dos grânulos. Isto, conseqüentemente, diminui o potencial de retenção de gases da mistura (Huang *et al.*, 2007), (González-Corrochano *et al.*, 2009).

Das cinco formulações elaboradas a partir da mistura de RC com DW, três apresentaram expansão: B15 e B16 a 1100 °C e B17 a 1100 e 1150 °C. Em muitos casos, a elevação da temperatura resultou em contração para este grupo de amostras. Contudo, cabe destacar que, invariavelmente, durante a sinterização das amostras a 1100 °C, a substituição de RC por DW resultou em valores de *BI* superiores aos encontrados na amostra B20, elaborada exclusivamente com RC. O fato em questão reforça a tese de que DW possui uma significativa estabilidade térmica.

A Figura 44 apresenta o aspecto de algumas misturas após secagem em estufa a 110 ± 5 °C e sinterização a 1100, 1150, 1200 e 1250 °C. Devido ao grande número de amostras elaboradas neste estudo optou-se por debater apenas seis formulações. Contudo, o desempenho dos demais espécimes binários podem ser analisados a partir das figuras anexadas ao Apêndice A.

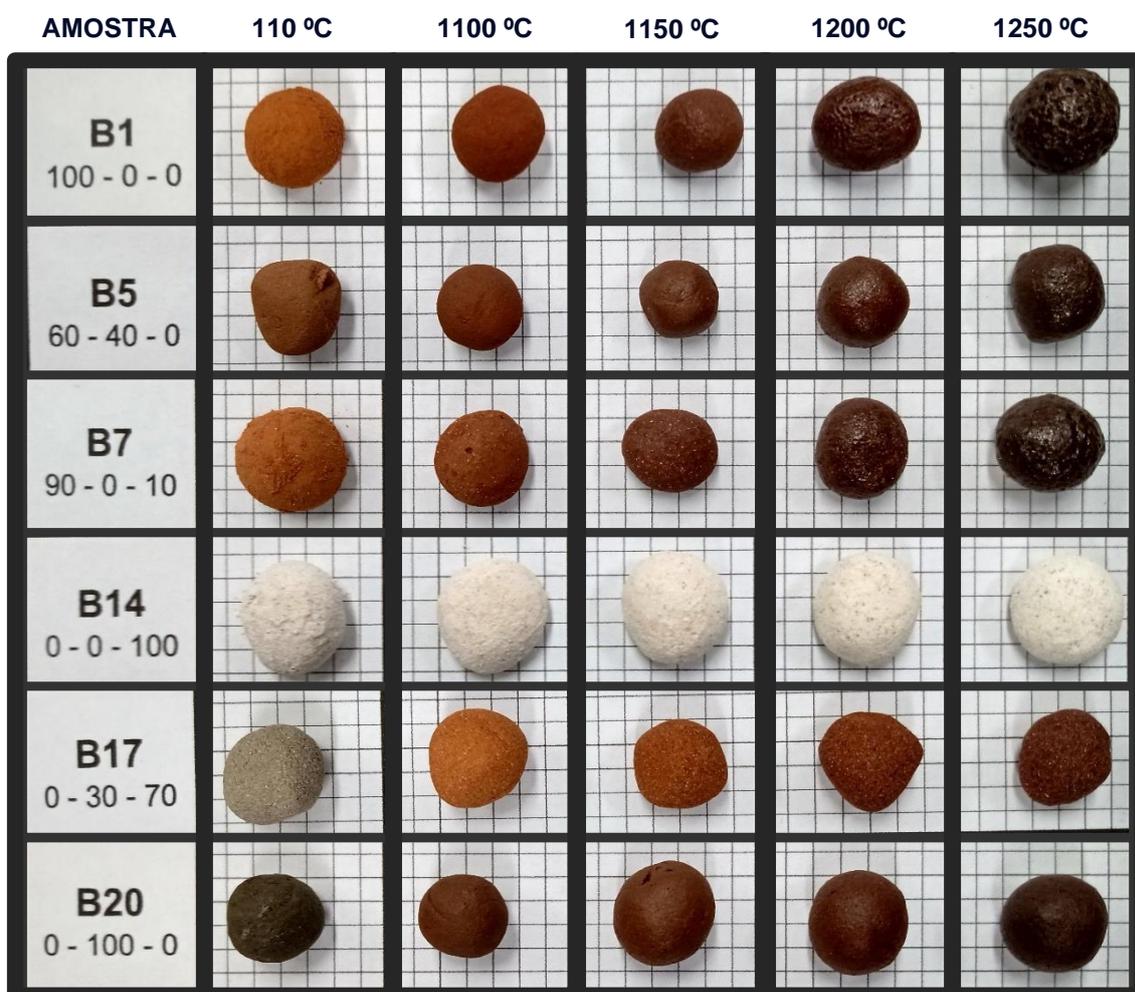


Figura 44 - Aspecto de algumas misturas binárias após secagem e sinterização.

Por meio de uma avaliação conjunta da Tabela 13 e da Figura 44 nota-se que a amostra elaborada a partir da utilização exclusiva do RCW (B1), apresentou forte contração quando sinterizada a 1100 e 1150 °C e um progressivo inchaço ao ser calcinada a 1200 e 1250 °C. Apesar do espécime em questão não obedecer aos critérios de expansão relatados na literatura (Riley, 1951) percebe-se que a reciclagem dos resíduos de RCW em LWA não necessita da adição de outros materiais para que ocorra a expansão dos grânulos. De forma análoga, estudos anteriores já identificaram resíduos com propriedades adequadas para utilização direta em LWAs (Quina *et al.*, 2006), (Quina *et al.*, 2014). Aparentemente, a composição mineralógica do RCW exerceu uma forte influência sobre o resultado encontrado.

Por sua vez, a amostra B5, elaborada com 60% de RCW, também apresentou índices de inchaço significativos quando sinterizada a 1200 e 1250 °C (17,0 e 23,4%, respectivamente) (Tabela 13). Os dados encontrados a 1200 °C revelam que o uso de argila como material suplementar de inchaço colaborou para obtenção do maior *BI* entre as amostras RCW + RC, queimadas nesta temperatura. Por outro lado, esta faixa de temperatura, aparentemente adequada para sinterização de B5, é levemente superior àquela utilizada pela indústria durante a fabricação de LWAs comerciais. Entretanto, isto pode ter relação com o tipo de forno utilizado na pesquisa (Quina *et al.*, 2014).

Os resultados obtidos para a amostra B7 mostraram que a capacidade de expansão deste material é potencializada a partir da sinterização a 1250 °C. Cabe ressaltar que o exemplar citado possui 100% de resíduos em sua composição, dos quais 90% são de RCW e 10% de DW. Através da inspeção visual, é possível perceber que os grânulos de B7 tornam-se mais arredondados e aproximadamente esféricos, a partir da elevação de temperatura. De acordo com González-Corrochano *et al.* (2011), é possível supor que o processo de expansão desta amostra ocorreu de forma progressiva, visto que não surgiram fissuras na superfície do grânulo.

Conforme a Figura 44, as amostras B1, B5 e B7 apresentaram um comportamento semelhante quanto à formação da camada superficial. Em princípio, a sinterização destas amostras em temperaturas superiores a 1150 °C resultou em grânulos com superfícies mais brilhantes, aparentemente bem vitrificadas. Conforme relatado anteriormente, a formação de fases vítreas em altas temperaturas potencializa a retenção de gases. O fato em questão, aparentemente, possui uma forte correlação com o *BI* identificado em B1, B5 e B7. Por outro lado, a formação de fase vítrea nestas amostras pode ser atribuída ao alto conteúdo de óxido

de ferro, identificado em RCW e RC (Huang *et al.*, 2007), (González-Corrochano *et al.*, 2011).

A aparência externa das amostras elaboradas com a formulação B14 revela que, ao se utilizar apenas DW na produção de LWAs, dificilmente, serão obtidos LWAs de superfície lisa e vitrificada. Conforme a Figura 44, as superfícies destas amostras não foram vitrificadas, independentemente da temperatura de sinterização adotada. O fato em questão tende a comprometer propriedades essenciais para os LWAs como resistência mecânica e absorção de água. Assim, fica claro que a utilização excessiva de DW em LWAs pode ser prejudicial às amostras.

Diferentemente das amostras citadas anteriormente, a formulação B17 apresentou inchaço quando sinterizada a 1100 e 1150 °C e contração ao ser queimada a 1200 e 1250 °C (Tabela 13). Entre as amostras relatadas na Figura 44 esta mistura foi a que apresentou composição química mais próxima da região expansível proposta por Riley (1951). Assim, é possível supor que a composição química de B17 permitiu a formação de um material fundido com viscosidade apropriada para captura dos gases liberados a 1100 e 1150 °C. Segundo Quina *et al.* (2014), esta faixa de temperatura é semelhante àquela utilizada pela indústria para fabricação de LWAs comerciais.

A textura superficial das amostras B14 e B17, sinterizadas a 1200 e 1250 °C, é visivelmente mais áspera do que o aspecto notado nas amostras B1, B5 e B7. Aparentemente, as temperaturas de sinterização adotadas em B14 e B17 não foram altas o suficiente para gerar uma camada superficial vítrea. Contudo, alguns trabalhos apontam que a resistência à flexão de concreto, nas primeiras idades, pode ser aumentada através do uso de agregados com textura mais áspera, pois estes melhoram a ligação física com a pasta de cimento (González-Corrochano *et al.*, 2011).

A amostra B20 apresentou um aumento progressivo no tamanho do grão à medida que a temperatura de sinterização subiu de 1100 para 1200 °C. Além disso, o valor de *BI* encontrado a 1250 °C é relativamente alto. Aparentemente, o espécime em questão cumpriu as condições necessárias para alcançar o inchaço, mesmo apresentando uma composição química fora da região expansível recomendada por Riley (1951). Por outro lado, os teores de SiO₂, Al₂O₃ e de Σ Fluxo de B20 atenderam integralmente as faixas expansíveis delimitadas por outros estudos (González-Corrochano *et al.*, 2009), (Quina *et al.*, 2014). Assim, estes resultados podem ser sustentados por tais teorias.

5.2.1.1.1 Índice de inchaço relativo

Diversos estudos afirmam que a metodologia de sinterização adotada exerce uma forte influência sobre o fenômeno de inchaço e que a definição de uma temperatura de sinterização ideal é dependente de características intrínsecas de cada formulação (González-Corrochano *et al.*, 2014), (Liu *et al.*, 2018b), (Souza, 2019). Realmente, ao se analisar a última coluna da Tabela 13, é possível perceber que algumas formulações com composições aproximadas apresentaram comportamentos distintos a partir da elevação de temperatura.

Contudo, sob outra perspectiva, a análise dos minigráficos da Tabela 13 também permitiu enxergar a existência de um índice de inchaço relativo. Tomando como exemplo a mistura B2, nota-se uma contração de quase 30% quando o material é sinterizado a 1100 °C. No entanto, a partir da elevação de temperatura, verifica-se um aumento gradativo no tamanho do grão. O fato em questão denota que o potencial de inchaço desta amostra é superior ao avistado através do *BI*. Por este ponto de vista, é possível afirmar que as amostras B9, B10, B11, B13 e B19 também experienciaram o fenômeno de inchaço durante o processo de sinterização. A Figura 45 apresenta uma simulação do comportamento das amostras B2, B8 e B19, visando aumentar a compreensão sobre a existência do inchaço relativo. Os dados das demais amostras podem ser consultados através do Apêndice C.

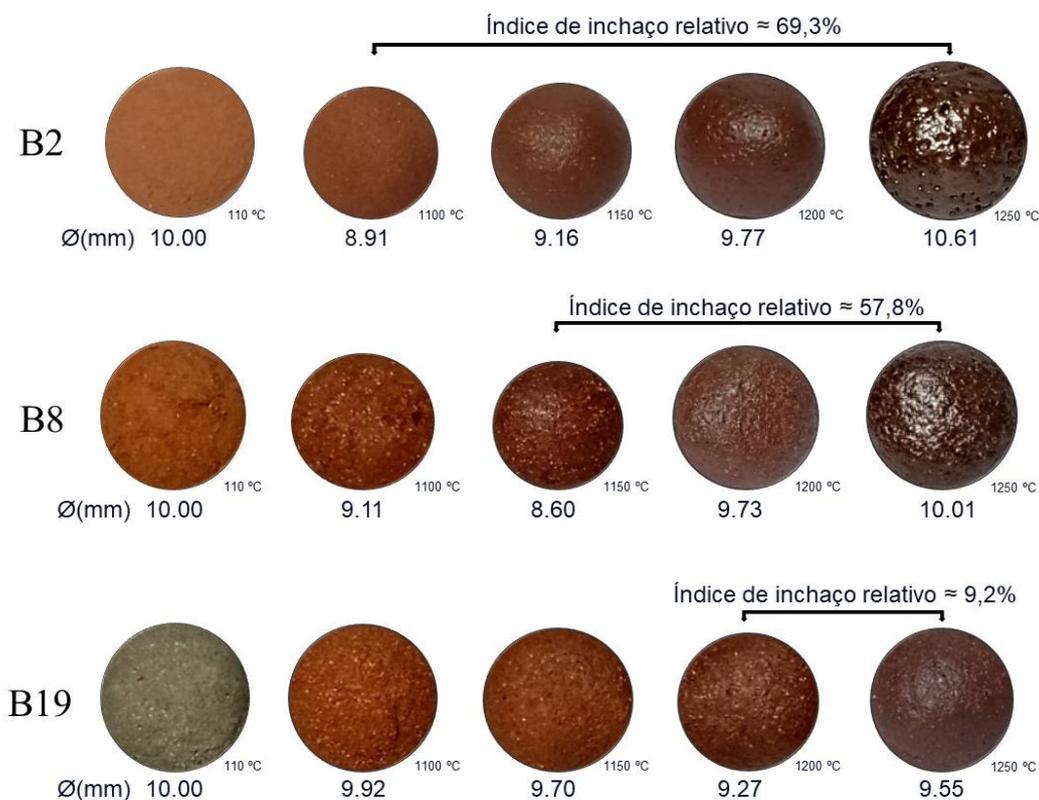


Figura 45 - Índice de inchaço relativo, amostras B2, B8 e B19.

A formulação B8, elaborada com 80% de RCW e 20% de DW, apresentou taxas de expansão de -36,3%, -7,7% e 0,3%, quando aquecida a 1150, 1200 e 1250 °C, respectivamente. Em outras palavras, amostras cruas de B8 com diâmetro de 10 mm resultam em esferas de aproximadamente 8,60 mm, 9,73 mm e 10,01 mm após a calcinação nestas faixas de temperatura (Figura 45). Ao se analisar o resultado de *BI* de forma isolada, tem-se a falsa impressão de que a amostra tem um pequeno potencial para o inchaço. Contudo, a elevação no tamanho do grão, identificada a partir de 1150 °C, revela que a mistura em questão sofreu um significativo inchaço.

Por sua vez, a mistura B19 apresentou índice de inchaço negativo em todas as temperaturas de sinterização adotadas neste estudo. Todavia, o comportamento desta amostra é semelhante ao identificado no espécime B8. Conforme a Figura 45, B19 apresentou um índice de inchaço relativo de aproximadamente 9,2% entre as temperaturas de 1200 e 1250 °C. Estes resultados permitem pressupor que: (a) as amostras citadas, em certo momento, foram capazes de formar uma quantidade adequada de fase líquida e conseqüentemente uma superfície vítrea, o que permitiu a geração e retenção de gases, provocando um aumento no volume dos grãos (Chuang *et al.*, 2018), (b) a faixa de temperatura ideal para estes espécimes é superior a aplicada neste estudo.

5.2.1.1.2 Influência das matérias-primas no *BI* das amostras

Os efeitos das matérias-primas sobre o índice de inchaço das amostras binárias também foram estudados. Os dados da influência do RCW no *BI* das misturas RCW + RC são mostrados a seguir na Figura 46.

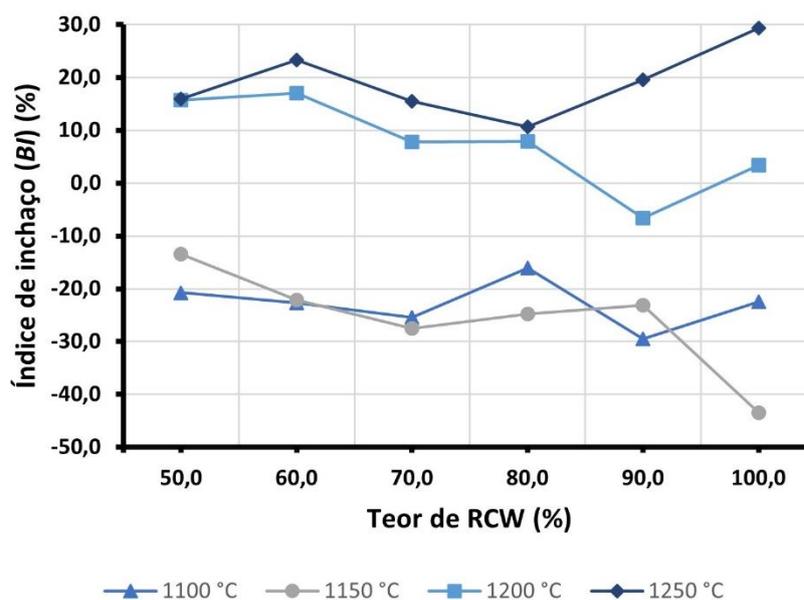


Figura 46 - Influência do RCW no *BI* das misturas RCW + RC.

De modo geral, para temperaturas de 1100, 1150 e 1200 °C, nota-se uma tendência de contração da amostra a partir do aumento nos teores de RCW. Em contrapartida, os dados coletados a 1250 °C mostram uma predisposição ao aumento do *BI* com o incremento de RCW. A propósito, esta parece ser a faixa de temperatura mais adequada para sinterização deste conjunto de amostras, pois independente do teor de RCW aplicado, os valores de *BI* foram sempre superiores aos identificados nas demais temperaturas de queima.

Conforme os dados de composição química, apresentados anteriormente por meio da Tabela 9, é possível perceber que a substituição de RCW por RC resulta na redução de óxidos fundentes e na elevação do conglomerado $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$. Estudos anteriores apontam que, até certo ponto, a redução nos teores de fluxo aliada ao incremento de sílica e alumina tende a potencializar a formação de poros menores e uniformemente distribuídos, devido a uma elevação na viscosidade da fase líquida. Dessa forma, é possível pressupor que o aumento nos teores de RCW nas misturas pode reduzir a resistência mecânica das amostras (Bernhardt *et al.*, 2014b).

A influência que o RCW exerce sobre o comportamento de inchaço das formulações elaboradas a partir da mistura de RCW com DW, pode ser verificada a partir dos resultados da Figura 47. Neste conjunto de amostras, nota-se, a partir da elevação nos teores de RCW, que para temperaturas de sinterização de 1100 e 1150 °C há uma tendência de contração dos grânulos. Em contrapartida, percebe-se certa propensão ao inchaço a 1200 e 1250 °C.

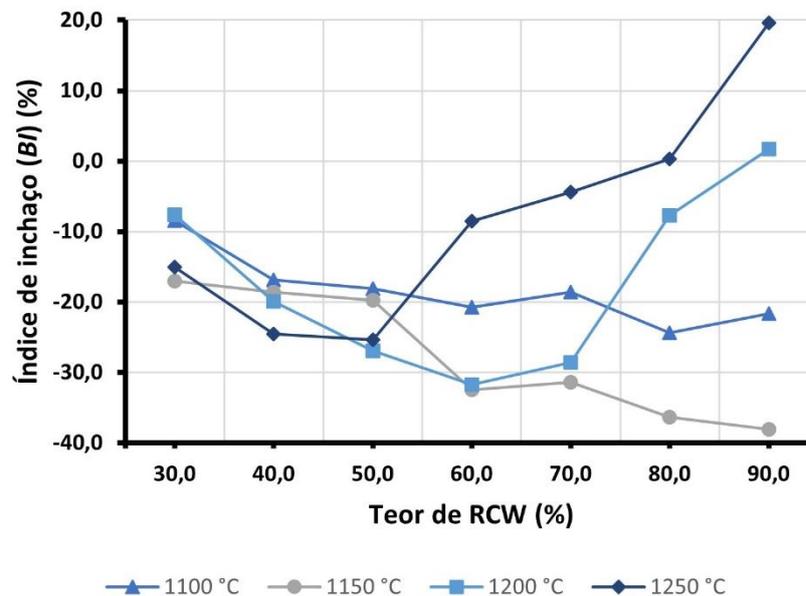


Figura 47 - Influência do RCW no *BI* das misturas RCW + DW.

Nas misturas elaboradas com baixas quantidades de RCW o teor de SiO₂ torna-se demasiadamente alto. Segundo Liu *et al.* (2017), o alto ponto de fusão de SiO₂ pode prejudicar a formação de fase líquida na faixa de temperatura adotada neste estudo, comprometendo o inchaço, a absorção de água e a resistência dessas amostras. Para teores de RCW mais elevados, há um aumento significativo na quantidade de fluxo. Isto pode ter contribuído para redução no ponto de fusão destas amostras e consequentemente para tendência de inchaço notada 1250 °C.

Para avaliar o efeito da adição de DW nas misturas elaboradas com RC, verificaram-se os dados da substituição de 50 a 100% de argila pelo resíduo em questão (Figura 48). De modo geral, nota-se uma tendência de diminuição da contração das amostras a partir da elevação nos teores de DW. Isto, novamente, reforça a tese de que DW possui uma alta resistência à degradação térmica. A forte contração identificada nas amostras mais ricas em RC, principalmente a 1200 e 1250 °C, permite pressupor que os gases liberados pela decomposição dos argilominerais não foram retidos pela massa viscosa destas amostras. Por isso, tal perda de massa resultou em contração (González-Corrochano *et al.*, 2011).

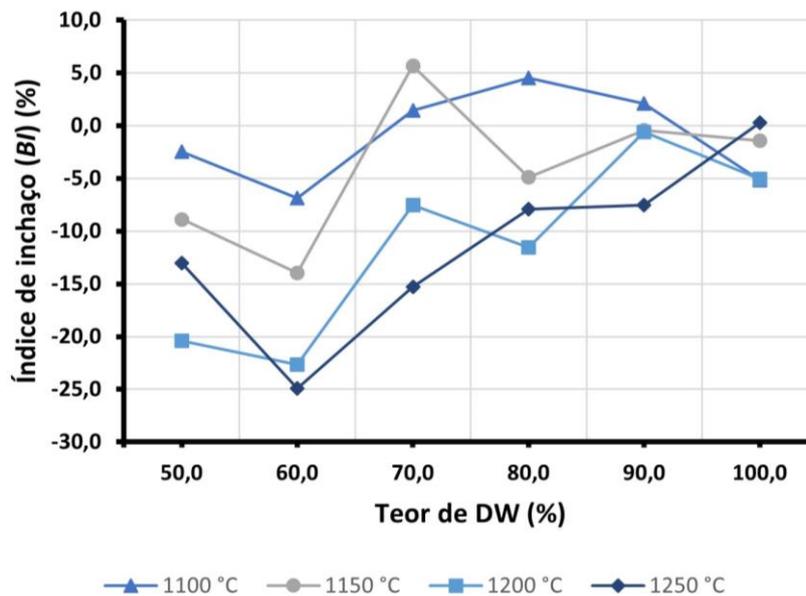


Figura 48 - Influência do DW no BI das misturas RC + DW.

5.2.1.1.3 Influência da temperatura de sinterização no BI das amostras

Por fim, a Figura 49 exibe uma análise detalhada sobre a influência da temperatura de sinterização nas características de inchaço das amostras binárias. Os dados das misturas RCW + RC mostram uma significativa redução no tamanho médio das partículas durante a sinterização a 1100 °C e quando a faixa de aquecimento é elevada para 1150 °C. No entanto, esta tendência é alterada a partir da calcinação a 1200 °C. Aparentemente, O aumento da

temperatura de sinterização é indicado para este conjunto de amostras. De acordo com estudos anteriores, esta queima a 1250 °C pode resultar em amostras mais leves e com menor absorção de água, devido à formação de poros descontínuos e isolados (Liu *et al.*, 2018b).

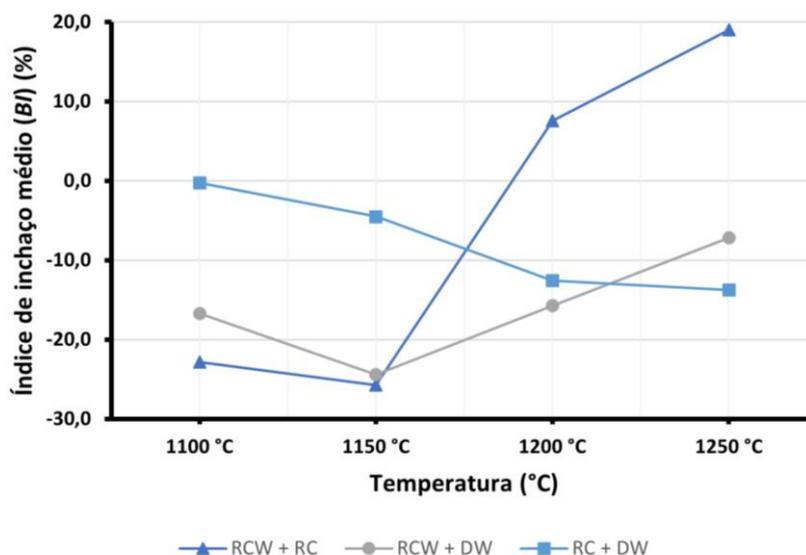


Figura 49 - Influência da temperatura sobre o *BI* médio das amostras

De forma análoga ao primeiro conjunto de amostras, as formulações elaboradas a partir da mistura de RCW + DW apresentaram tendência de contração a 1100 e 1150 °C e de expansão a 1200 e 1250 °C. Os dados deste conjunto de espécimes também corroboram com o fenômeno de inchaço relativo debatido anteriormente, visto que há uma tendência de expansão volumétrica a partir de 1150 °C, apesar dos valores negativos encontrados para o *BI* médio. Aparentemente, a elevação da temperatura de queima promoveu uma maior formação de fase líquida, promovendo a retenção de gases.

Com base na Figura 49, também é possível perceber que o *BI* médio do agrupamento de misturas RC + DW apresentou uma menor dispersão, durante a aplicação da metodologia de queima. Em tese, há uma tendência de contração dessas amostras a partir da elevação da temperatura. Isto fortalece a proposição de que tais misturas possuem um menor potencial para retenção de gases.

5.2.1.2 Amostras Ternárias

Os resultados do índice de inchaço das 11 formulações ternárias, sinterizadas a 1100, 1150, 1200 e 1250 °C, e o comportamento destas amostras frente à elevação de temperatura, são apresentados a seguir através da Tabela 14. Neste conjunto, apenas duas amostras apresentaram valores positivos de *BI*. A formulação T3 quando sinterizada a 1250 °C apresentou uma expansão volumétrica de aproximadamente 1,4%. Por sua vez, a mistura T6,

queimada a 1100 °C, obteve um índice de inchamento de 2,7%. Em contrapartida, uma significativa contração, cerca de 34,1%, é notada no espécime T7 após a calcinação a 1200 °C.

Tabela 14 - Índice de inchaço e comportamento das misturas Ternárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
T1	-10,6%	-17,9%	-19,4%	-10,8%	
T2	-18,9%	-25,3%	-10,3%	-3,1%	
T3	-15,5%	-17,8%	-19,4%	1,4%	
T4	-8,1%	-11,7%	-22,9%	-17,3%	
T5	-28,4%	-22,9%	-0,1%	-2,2%	
T6	2,7%	-16,2%	-17,2%	-22,0%	
T7	-10,0%	-19,9%	-34,1%	-25,7%	
T8	-5,4%	-15,2%	-27,3%	-23,4%	
T9	-27,8%	-26,3%	-12,9%	-7,8%	
T10	-8,9%	-22,8%	-32,5%	-29,6%	
T11	-1,1%	-9,4%	-17,2%	-21,8%	

Conforme a Tabela 14, a amostra T3, elaborada com 25% de RCW, 40% de RC e 35% de DW, apresentou o melhor índice de inchaço para a temperatura de sinterização de 1250 °C. Considerando o potencial de expansão notado em RCW e RC e que quase 2/3 desta mistura é formada por tais materiais é possível supor que os resultados de expansão identificados possuem uma forte correlação com a composição mineralógica deste espécime. Além disso, a adição de DW colaborou para obtenção de uma composição química mais próxima da região expansível proposta por Riley (1951), colaborando para a adequação da fase líquida formada.

Por outro lado, a expansão de quase 3%, identificada na amostra T6, possui uma justificativa distinta. Tendo em vista que tal formulação possui mais de 2/3 de DW em sua composição, é possível sugerir que a significativa estabilidade térmica identificada no resíduo de diatomita favoreceu o crescimento da amostra antes da sinterização por fluxo viscoso (Molinari *et al.*, 2020). Além disso, a progressiva contração notada a partir da

elevação de temperatura reforça a tese de que DW possui uma correlação mais fraca com o potencial de inchaço.

Apesar do alto grau de contração apresentado, nenhuma das misturas elaboradas derreteu durante a sinterização. Diante disso, é possível crer que tais amostras iniciaram a sinterização por fluxo viscoso, amoleceram e reduziram a porosidade aberta, resultando nos pontos de contração e densificação máxima. De acordo com Molinari *et al.* (2020), uma elevação na faixa de temperatura adotada poderia reduzir progressivamente a viscosidade destas amostras, resultando em expansão e no aprimoramento da forma esférica. Segundo os autores, a obtenção de LWAs com formato hemisférico ajuda a delimitar a faixa de temperatura ideal para a formulação em estudo.

O aspecto de algumas amostras é apresentado a seguir por meio da Figura 50. De forma análoga à seção anterior, devido ao número excessivo de espécimes, decidiu-se discutir os resultados de apenas três exemplares. Entretanto, as imagens das demais formulações podem ser consultadas por meio do Apêndice B.

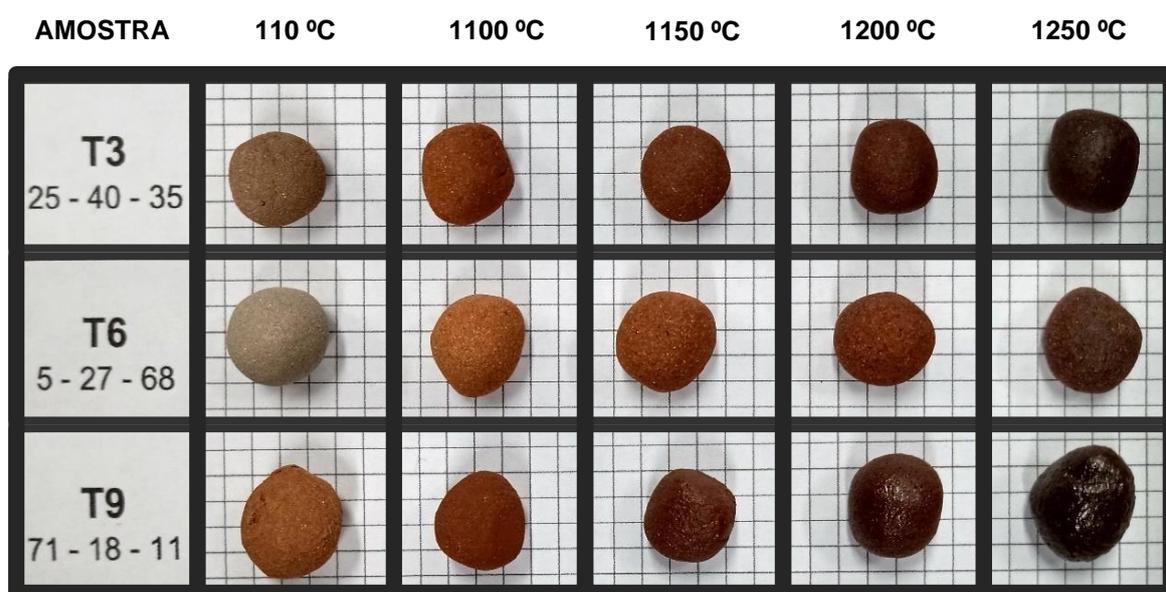


Figura 50 - Comportamento das misturas T3, T6 e T9 após secagem e sinterização.

Comparando a forma e a textura superficial das misturas, antes e depois da sinterização, é possível perceber uma suave mudança no formato das partículas e uma significativa alteração na textura superficial. De modo geral, as superfícies dos grânulos não sofrem vitrificação a 1100 e 1150 °C. Contudo, a superfície dos agregados torna-se mais lisa à medida que a taxa de aquecimento é aumentada e/ou o teor de DW é reduzido.

De acordo com a Tabela 14, a amostra T3 apresenta uma contração volumétrica de 15,5%, 17,8% e 19,4%, quando sinterizada a 1100, 1150 e 1200 °C, respectivamente. Em seguida, este agregado inicia uma forte expansão, recuperando o volume inicial do grânulo cru e atingindo um *BI* de 1,4% a 1250 °C. Apesar desta mistura estar localizada fora da área de inchaço do diagrama Riley (1951), os dados encontrados sugerem que o emprego de temperaturas mais elevadas tende a resultar em expansão dos grânulos e na suavização da superfície, devido à formação de uma fase líquida com menor viscosidade (Soltan *et al.*, 2016).

As localizações das amostras T6 e T9 no diagrama de Riley (1951) revelam certa semelhança quanto à carência de alumina. Contudo, há uma forte discrepância quanto ao teor de agentes de fluxo presentes em tais amostras. Dessa forma, a contração notada em T6 a partir da sinterização a 1150 °C pode estar relacionada à falta de constituintes produtores de gás, que em muitos casos são oriundos dos óxidos fundentes. Por sua vez, a redução no tamanho dos grãos de T9, verificada para esta mesma faixa de temperatura, aponta para a possibilidade de que os gases desenvolvidos não foram devidamente encapsulados devido à falta de uma fase vítrea na amostra (Riley, 1951).

5.2.1.2.1 Índice de inchaço relativo

A ocorrência de um índice de inchaço relativo também foi notada nos resultados das misturas ternárias. Com exceção de T11, as demais amostras experimentaram o fenômeno de inchaço durante o processo de sinterização. Visando melhorar o entendimento sobre a existência deste tipo de inchaço, também foram elaboradas simulações a partir do comportamento das amostras. A Figura 51 apresenta os dados das formulações T2, T5 e T9. Os dados das outras misturas estão disponíveis no Apêndice D.

Conforme a Figura 51, amostras cruas de T2 com diâmetro de 10 mm resultariam em grânulos de 9,07 e 9,91 mm, depois de sinterizados a 1150 e 1250 °C, respectivamente. Ou seja, durante o aquecimento nesta faixa de temperatura ocorre uma expansão volumétrica de aproximadamente 30,3%. Aparentemente, o ponto de adensamento máximo desta amostra ocorre em temperaturas próximas a 1150 °C. Depois disso, o material atinge os pontos de amolecimento e esfericidade a 1200 e 1250 °C. Isto possui uma forte concordância com os dados apresentados por Molinari *et al.* (2020).

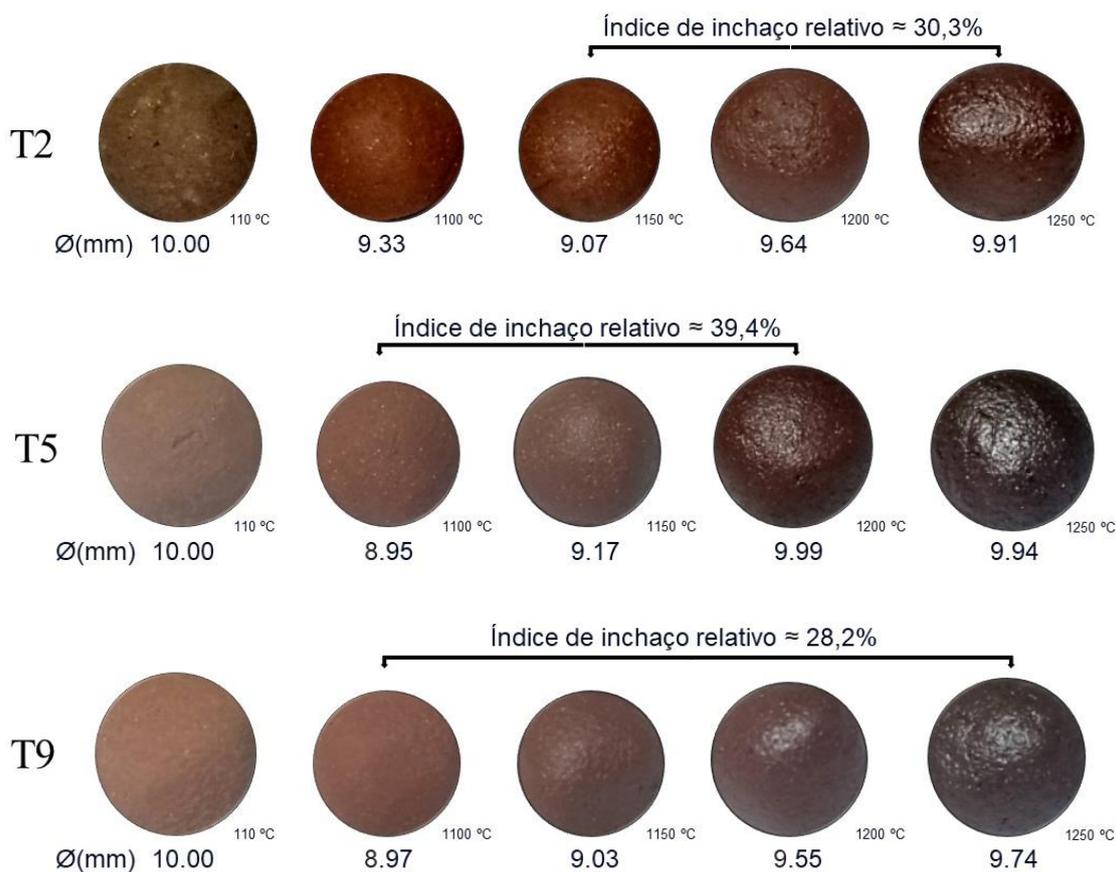


Figura 51 - Índice de inchaço relativo, amostras T2, T5 e T9.

Por sua vez, a amostra T5, formulada com 47% de RCW, 35% de RC e 18% de DW, apresentou índices de expansão negativos, independentemente da temperatura de calcinação utilizada. No entanto, os dados da Figura 51 revelam que tal amostra sofreu um inchaço relativo de quase 40% desde 1100 até 1200 °C. Ao se verificar o comportamento desta formulação durante a queima dos grânulos, percebe-se que a contração de 28,4%, identificada a 1100 °C, é suavizada a partir da elevação da temperatura. Dessa forma, é possível presumir que o início da sinterização por fluxo viscoso e o ponto de adensamento máximo desta amostra ocorreram em temperaturas de até 1100 °C (Molinari *et al.*, 2020).

Por fim, ao se analisar os valores de *BI* da amostra T9 de forma individualizada, também se tem a falsa sensação de que o material não experienciou o fenômeno do inchaço. Contudo, a partir de uma análise conjunta dos dados da Tabela 14 e da Figura 51, é possível perceber que, após a sinterização a 1100 °C, a mistura em questão apresenta uma progressiva elevação no tamanho do grânulo. Conforme os dados apresentados, amostras de T9 a 1100 °C, com 8,97 mm de diâmetro, resultariam em grânulos de 9,74 mm, durante o aquecimento até 1250 °C, perfazendo uma expansão relativa superior a 28%. Isto significa que, nesta faixa de temperatura, a mistura T9 é capaz de obedecer aos critérios básicos do inchaço no tocante

à formação de gases e de uma fase líquida com viscosidade adequada (Riley, 1951). De forma geral, os dados da Figura 51 e do Apêndice D são coerentes com os resultados das amostras binárias.

5.2.2 Perda de massa (LOI)

5.2.2.1 Amostras Binárias

A perda de massa das amostras binárias após a sinterização a 1250 °C foi medida, e os seus resultados são apresentados na Figura 52. Invariavelmente, todas as misturas elaboradas apresentaram uma significativa perda de massa. A LOI deste agrupamento apresentou um valor mínimo de 4,3% e máximo de 11,9%, identificados nas amostras B1 e B20, respectivamente. Tais resultados são animadores do ponto de vista da geração de gás envolvida no inchaço, pois, segundo Moreno-Maroto *et al.* (2020), em alguns casos, a quantidade de gás necessária para o inchaço da amostra provém de uma perda de massa de aproximadamente 0,1% do seu peso original.

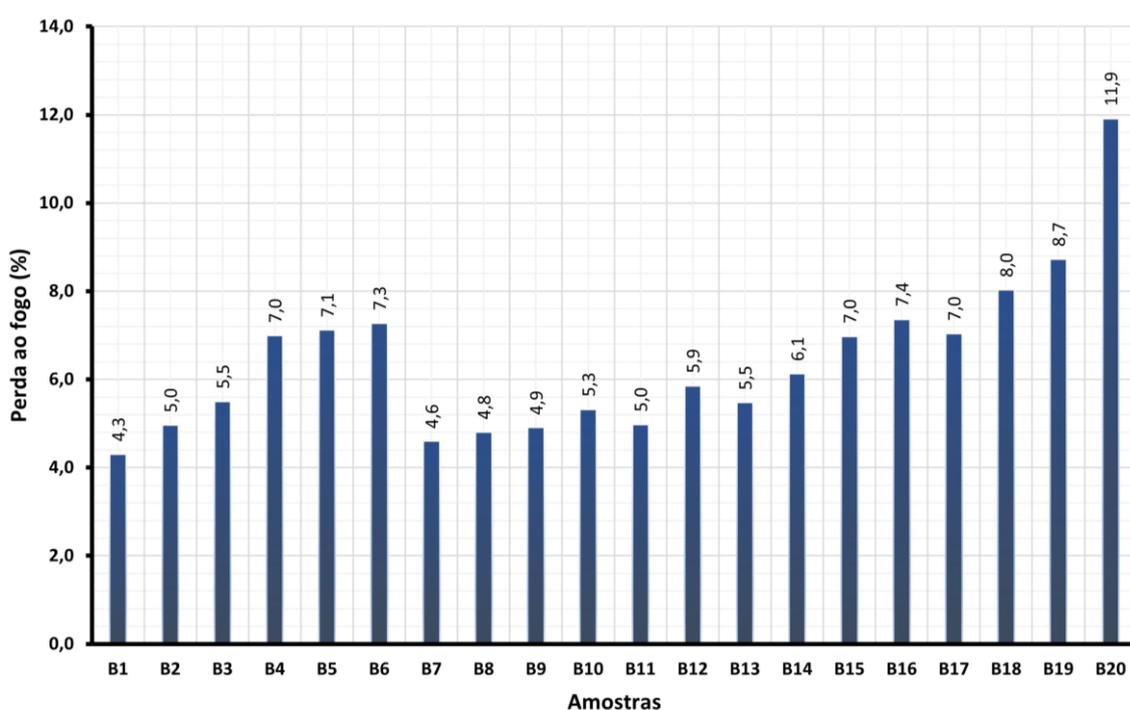


Figura 52 - Perda de massa das misturas binárias.

A diferença de massa notada na amostra B6, após a sinterização, foi de aproximadamente 7,3%. Considerando que tal espécime é composto por RCW e RC, é possível presumir que, em algumas das faixas de temperaturas adotadas neste estudo, a dissociação dos argilominerais presentes nestes materiais resultou na formação de gases. Isto é coerente com os valores de *BI* de 15,7% e 16,0%, identificados nesta amostra a 1200 e 1250 °C, respectivamente.

Por outro lado, os resultados de inchamento das amostras B15 e B16 a 1100 °C revelam uma expansão de 2,1 e 4,5%, respectivamente. Dessa forma, é possível sugerir que uma significativa parcela da perda de massa ocorreu a uma faixa de temperatura menor ou no mínimo igual a 1100 °C. De acordo com Moreno-Maroto *et al.* (2020), tais amostras tendem a apresentar dificuldade de expansão a partir da elevação da temperatura, uma vez que grande parte dos gases foi perdido antes de sua massa obter uma viscosidade adequada. Esta tese é coerente com os dados de índice de inchaço encontrados em B15 e B16 a 1150, 1200 e 1250 °C.

5.2.2.1.1 Influência das matérias-primas na *LOI* das amostras

A influência do teor de RCW na perda de massa das amostras é apresentada na Figura 53. De modo geral, o incremento de RCW produziu exemplares com menor perda de massa. Por exemplo, nas misturas RCW + RC, a elevação dos teores do resíduo cerâmico de 50 para 90% resultou em uma redução progressiva da *LOI* de 7,3 até 4,9%. Tal fato pode ser explicado pela significativa estabilidade térmica, notada em RCW (Figura 36). Conforme relatado anteriormente, grande parte da perda de massa deste resíduo ocorreu durante o processo de fabricação dos componentes cerâmicos. Por sua vez, a adição de argila parece favorecer a perda de massa e conseqüentemente a formação de gases, devido à decomposição de seus minerais.

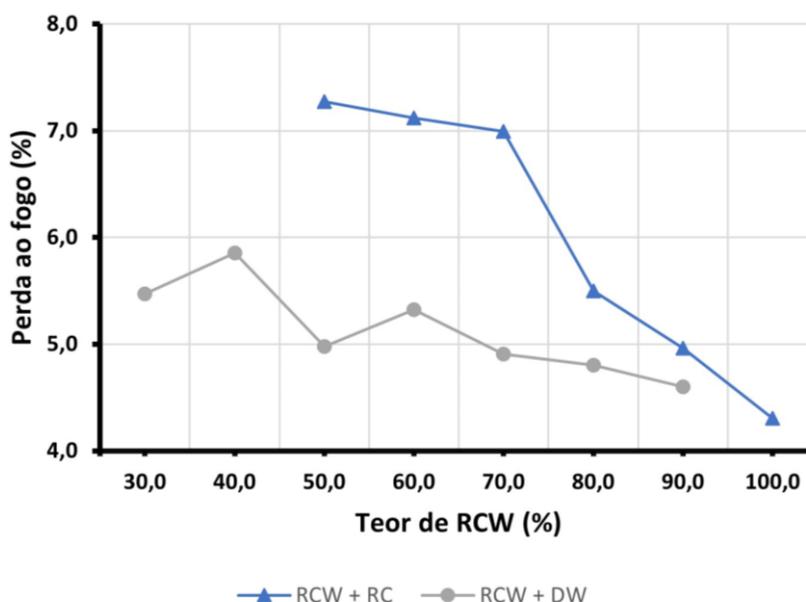


Figura 53 - Influência do RCW na *LOI* das misturas binárias.

De modo geral, as misturas RCW + DW produziram índices de perda de massa menores do que os encontrados nas formulações RCW + RC. Além disso, neste

agrupamento, também é possível observar que a *LOI*, normalmente, diminui com o aumento da proporção do resíduo cerâmico. Assim, a quantidade de gases gerados nos grânulos tende a diminuir a partir da adição de RCW. No entanto, os dados da Tabela 13 revelam que essa possível redução dos gases não prejudicou a expansão da amostra, uma vez que os melhores resultados deste agrupamento foram notados nos espécimes com maiores proporções de RCW.

O efeito da adição de DW na *LOI* das misturas binárias é apresentado na Figura 54. Para o conjunto de misturas RCW + DW percebe-se uma forte relação linear positiva entre o teor do resíduo de diatomita e a perda de massa. Tal correlação pode ser explicada pelo fato de que DW possui uma *LOI* um pouco maior que RCW, conforme apresentado nas seções anteriores.

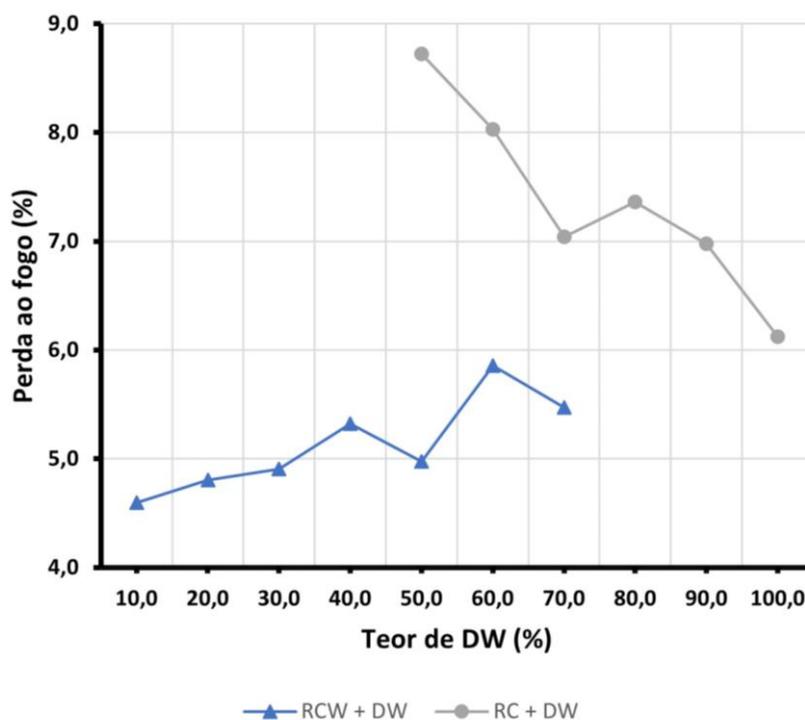


Figura 54 - Influência do DW na *LOI* das misturas binárias.

Nas amostras oriundas da mistura de RC com DW, uma *LOI* de quase 9,0% é notada quando o teor de DW utilizado é de 50%. Para proporções de DW em torno de 70%, os índices de perda de massa são reduzidos para aproximadamente 7,0%. Finalmente, quando da substituição total de argila pelo resíduo de diatomita a *LOI* é reduzida para quase 6,0%. Portanto, neste agrupamento de amostras, o incremento de DW tende a reduzir a quantidade de gases gerados devido à sua significativa estabilidade térmica. Assim, RC teria maior interferência sobre a liberação de gases, enquanto DW poderia afetar a viscosidade da fase líquida obtida durante a sinterização.

5.2.2.2 Amostras Ternárias

A Figura 55 apresenta os resultados de perda de massa das misturas ternárias. Em todos os casos, os valores de *LOI* obtidos revelam que as proporções elaboradas possuem componentes capazes de gerar gases e conseqüentemente produzir agregados leves (Moreno-Maroto *et al.*, 2020). A perda de massa mais significativa foi de aproximadamente 8,6%, sendo identificada na amostra T1. O espécime em questão foi elaborado com 7% de RCW, 48% de RC e 45% de DW. Este resultado tem uma forte correlação com o teor de RC utilizado nesta formulação. Aparentemente, T1 tem potencial para expansão dos grânulos devido à formação de poros oriundos do aprisionamento de gases. Isto corrobora com o aumento do tamanho do grânulo, notado entre as temperaturas de sinterização de 1200 e 1250 °C.

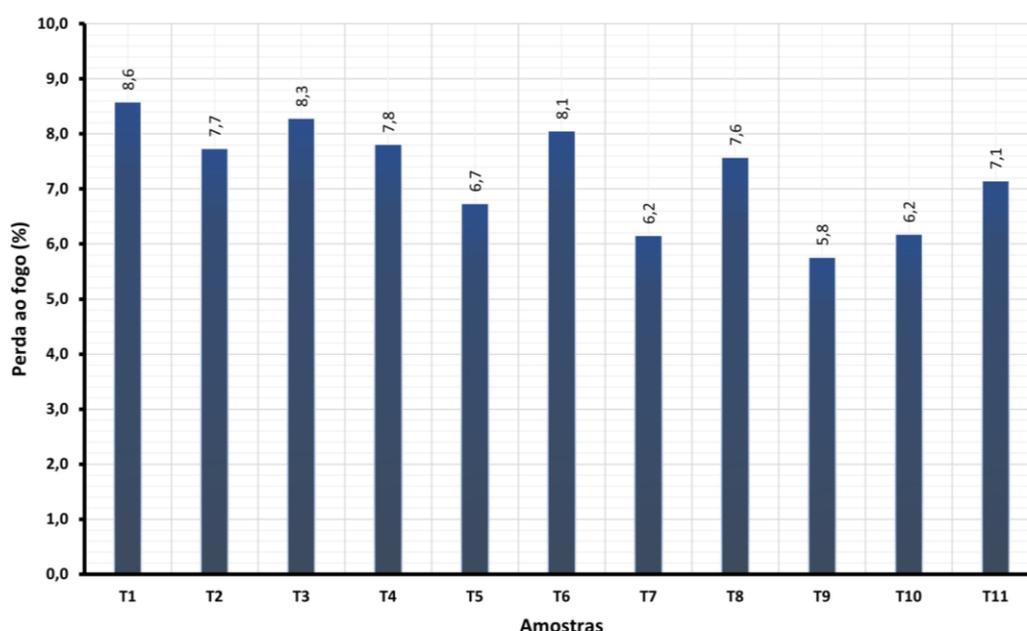


Figura 55 - Perda de massa das misturas ternárias.

O menor índice de perda de massa, cerca de 5,8%, foi encontrado na amostra T9. Tal formulação possui 78% de RCW em sua composição. Conforme relatado anteriormente, a *LOI* de RCW é relativamente baixa devido ao seu processo de queima antes da geração do resíduo. No entanto, para as faixas de temperaturas de sinterização adotadas neste estudo, o material demonstra potencial para geração de gases e conseqüentemente para o inchaço. No caso da mistura T9, a temperatura de sinterização de 1100 °C é muito próxima da taxa de calcinação usada para a fabricação das peças cerâmicas. Dessa forma, acredita-se que uma significativa parcela da perda de massa identificada ocorreu a 1150, 1200 e 1250 °C. Isto é coerente com o índice de inchaço relativo detectado em T9.

5.2.3 Densidade (ρd)

5.2.3.1 Amostras Binárias

Os resultados de densidade de partículas (ρd) e do comportamento das amostras durante a elevação de temperatura são mostrados na Tabela 15. De forma geral, percebe-se uma significativa variação nos dados de ρd a partir das mudanças nas proporções de materiais e na taxa de aquecimento. As densidades das amostras elaboradas variaram de 1,14 a 2,46 g/cm³. Analisando os resultados, é possível perceber que todas as formulações atenderam ao requisito de densidade proposto pela EN-13055-1 (BSI, 2002) para agregados leves ($\rho d < 2,0$ g/cm³), em no mínimo duas das faixas de sinterização aplicadas. Ao todo, 57 espécimes obedeceram ao parâmetro em questão.

Tabela 15 - Densidade de partículas (ρd) das misturas Binárias (g/cm³)

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
B1	2,09	2,43	1,77	1,42	
B2	2,19	2,41	1,78	1,60	
B3	2,22	2,38	1,64	1,63	
B4	2,31	2,38	1,66	1,65	
B5	2,38	2,33	1,68	1,63	
B6	2,46	2,24	1,67	1,64	
B7	1,97	2,44	1,82	1,68	
B8	1,88	2,32	1,96	1,76	
B9	1,74	2,16	2,27	1,84	
B10	1,63	1,96	2,25	1,96	
B11	1,53	1,76	2,09	2,16	
B12	1,45	1,62	1,89	2,05	
B13	1,39	1,49	1,70	1,76	
B14	1,14	1,18	1,22	1,25	
B15	1,33	1,37	1,39	1,40	
B16	1,45	1,51	1,58	1,60	
B17	1,52	1,62	1,74	1,80	
B18	1,69	1,85	2,00	2,10	
B19	1,82	2,00	2,13	1,92	
B20	1,99	1,41	1,30	1,30	

Os dados do conjunto de amostras elaboradas através da mistura de RCW com RC apresentam resultados significativos de ρd quando da sinterização a 1200 e 1250 °C, demonstrando uma forte correlação com os resultados de índices de inchaço obtidos em tal agrupamento. Para esta faixa de temperatura, os resultados de B1 a B6 variaram de 1,42 a 1,78 g/cm³, sendo observados em B1 a 1250 °C e B2 a 1200 °C. De acordo com Fan *et al.* (2014), tais resultados apontam que estes exemplares possuem potencial para fabricação de agregados leves estruturais. Aparentemente, sinterizar misturas RCW + RC em temperaturas de no mínimo 1200 °C é mais vantajoso para produção de LWAs.

De acordo com a Tabela 15, pode-se observar um aumento na densidade das amostras B1, B2, B3 e B4 durante a variação de temperatura de 1100 para 1150 °C. Enquanto uma tendência decrescente é notada a 1200 e 1250 °C. Esta variação na densidade das amostras citadas pode ser atribuída aos seus respectivos índices de inchaço, conforme mostrado na Tabela 13. De modo geral, é possível supor que a carência de uma camada vitrificada resultou na elevação de ρd a 1150 °C. Enquanto isso, uma formação vítrea e a decomposição mineralógica, oriundas do aumento de temperatura, resultaram na elevação da porosidade e, conseqüentemente, na diminuição progressiva da densidade (González-Corrochano *et al.*, 2011), (Souza, 2019).

No conjunto de amostras elaboradas com RCW + DW percebe-se que o comportamento das formulações B7 e B8, no tocante à densidade, é bem semelhante ao identificado no agrupamento anterior. Tal fato pode ser atribuído ao alto teor de resíduo cerâmico presente em tais misturas. Por outro lado, amostras mais ricas em DW apresentaram ganhos de densidade a partir da elevação da temperatura. Conforme relatado anteriormente, a dificuldade de expansão destas amostras colaborou para a densificação dos grânulos.

Em contrapartida, para teores de DW de pelo menos 50%, o incremento do resíduo em questão resultou em uma redução gradual da densidade, independentemente da faixa de temperatura adotada. Assim, com base nos dados de perda de massa (Figura 52), é possível sugerir que o incremento de DW pode favorecer a obtenção de LWAs, ainda que sem expansão, pois agregados com maior perda de massa tendem a apresentar a menor densidade de partículas secas (González-Corrochano *et al.*, 2009). Além disso, ao se comparar os resultados dos dois primeiros conjuntos de misturas a 1100 e 1150 °C, percebe-se que, para o mesmo teor de RCW, a substituição de RC por DW resultou na redução de densidade. Isto revela que a massa de DW pode exercer uma forte influência sobre o ρd das amostras elaboradas nesta faixa de temperatura.

Com exceção de B19, todas as amostras do conjunto RC + DW apresentaram ganhos progressivos de densidade a partir da elevação de temperatura. Na amostra B18, por exemplo, nota-se uma forte correlação negativa entre as progressões do índice de inchaço e da densidade de partículas. Por outro lado, a mistura B19 apresentou uma significativa redução de ρd a partir da ascensão do aquecimento de 1200 para 1250 °C. Tal fato denota a relevância do inchaço relativo no comportamento dos LWAs, uma vez que, conforme a Figura 45, a elevação no tamanho do grão, notada nesta faixa de temperatura, contribuiu para a diminuição de ρd e, conseqüentemente, para adequação de B19 a 1250 °C nos requisitos de densidade propostos (BSI, 2002).

5.2.3.1.1 Influência das matérias-primas na ρd das amostras

A Figura 56 mostra a relação entre o teor do resíduo cerâmico e os valores de densidade obtidos nas misturas RCW + RC, para cada uma das faixas de temperatura adotadas. Para temperaturas de 1100 °C, à medida que o teor de RCW aumenta, a densidade de partículas diminui. Enquanto isso, a 1150 °C, a variação de densidade ocorre de forma oposta. Aparentemente, o ponto de adensamento máximo de RC é próximo de 1100 °C, por isso, ocorre o aumento da densificação a partir do acréscimo nos teores de argila. Por sua vez, a fase de maior densificação de RCW parece estar em temperaturas mais elevadas, colaborando para os ganhos de densidade a partir do seu incremento a 1150 °C (Molinari *et al.*, 2020).

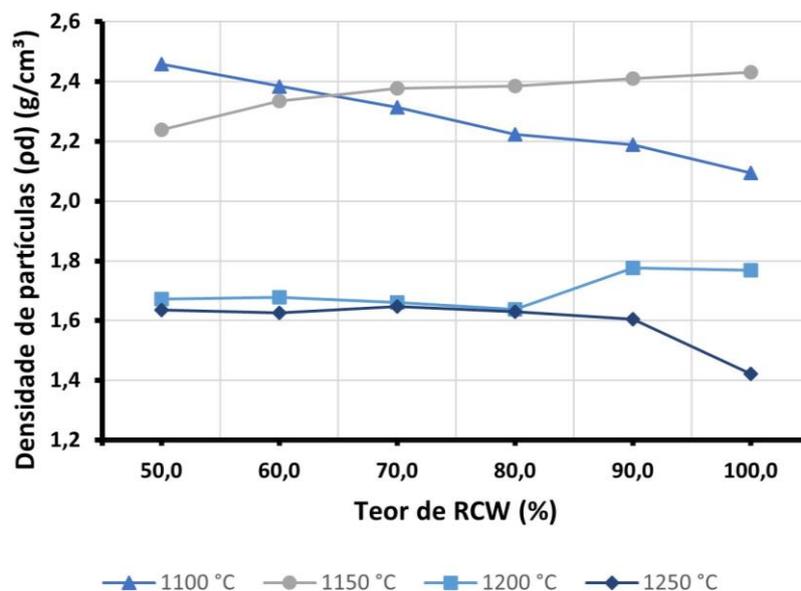


Figura 56 - Influência do RCW na ρd das misturas RCW + RC.

Para temperaturas de 1200 e 1250 °C nota-se uma significativa redução de ρd , em comparação aos dados obtidos a 1100 e 1150 °C. Independentemente do teor de RCW

adicionado, a sinterização nas temperaturas mais elevadas resultou em grânulos com densidade de partículas inferior a $2,0 \text{ g/cm}^3$, cumprindo os critérios exigidos aos LWAs (BSI, 2002). Além do mais, percebe-se certa similaridade entre os resultados obtidos para teores de RCW de até 80%. Daí em diante, quando o teor de RCW é aumentado, há uma maior dispersão nos resultados. Conforme a Tabela 13, a amostra B1, composta por 100% de RCW, apresentou ganhos progressivos de volume nas temperaturas de 1200 e 1250 °C. Assim, tais resultados são justificados pelos dados de *BI*.

O efeito da adição do resíduo da cerâmica vermelha na densidade de partículas do grupo de amostras RCW + DW, em cada uma das temperaturas de calcinação adotadas, é mostrado na Figura 57. Independentemente da temperatura utilizada, quando o teor de RCW foi aumentado de 30% até 50%, a variação da densidade aumentou gradativamente. Com base nos debates anteriores sobre *BI* e *LOI* é possível sugerir que altos teores de DW dificultam a expansão da amostra, devido a uma menor formação de gases durante a deformação pirolástica. A contração contínua notada em B11, B12 e B13, a partir do aumento de temperatura (Tabela 13), também fortalece a tese em questão.

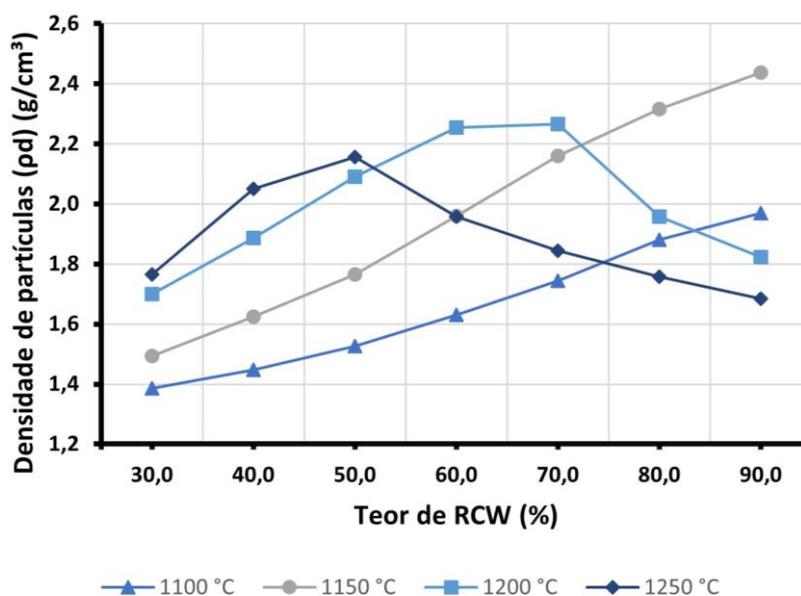


Figura 57 - Influência do RCW na ρ_d das misturas RCW + DW.

Por outro lado, nas temperaturas de 1200 e 1250 °C, a adição de RCW em teores superiores a 50% favoreceu de forma significativa a redução da densidade. A propósito, em todos os casos em que houve redução de ρ_d as amostras obtiveram densidade adequada para aplicação como LWAs (BSI, 2002). O fato em questão possui uma forte correlação com o potencial de inchaço demonstrado por RCW durante a sinterização a 1200 e 1250 °C. Além disso, as imagens de inchaço relativo de B7, B8, B9 e B10 (Apêndice C), corroboram com

tal afirmação, uma vez que, em todas as amostras citadas o aumento de volume do grânulo só ocorreu neste intervalo de temperatura.

A Figura 58 mostra a densidade de partículas das amostras RC + DW, elaboradas a partir de diferentes teores de materiais e faixas de temperaturas.

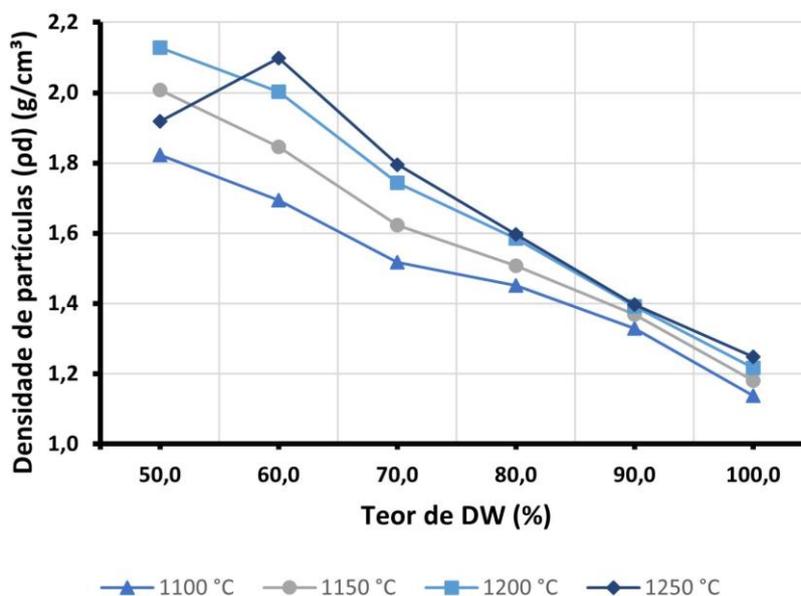


Figura 58 - Influência do DW na ρd das misturas RC + DW.

De modo geral, os resultados evidenciam a forte correlação negativa existente entre o teor de DW e os dados de ρd . Com exceção da amostra B19 a 1250 °C, a redução nas quantidades de DW resultou em ganhos de densidade, em todos os intervalos de sinterização adotados. A amostra em questão é composta por 50% de RC e 50% de DW, e tal resultado pode ser atribuído ao inchaço relativo sofrido neste grau de temperatura.

Por outro lado, considerando que neste agrupamento de amostras há uma correlação negativa entre os dados de perda de massa e os teores de DW (Figura 54) e que poucas amostras deste conjunto apresentaram $BI > 0$ (Tabela 13), é possível pressupor que a alta porosidade do resíduo de diatomita exerceu uma forte influência sobre os resultados apresentados, colaborando para diminuição na densidade das amostras e consequentemente, para a obtenção de LWAs. Tal proposição é coerente com os resultados da microestrutura de DW (Figura 42) e com os relatos apresentados por Lynn *et al.* (2015).

5.2.3.1.2 Influência da temperatura de sinterização na ρd das amostras

As modificações da ρd das amostras, promovidas pela alteração na temperatura de sinterização, estão representadas graficamente na Figura 59. Nas amostras elaboradas com RCW + RC, a densidade de partículas subiu inicialmente a partir da elevação da temperatura e em seguida diminuiu de forma gradativa. A densidade deste agrupamento foi reduzida de

2,36 para 1,70 e depois para 1,59 g/cm³ quando a temperatura subiu de 1150 para 1200 e 1250 °C, respectivamente. A propósito, nas faixas de temperaturas mais elevadas, os valores de ρd destas amostras foram menores do que os obtidos nos demais conjuntos de formulações. Aparentemente, sinterizar estes grânulos a 1200 e 1250 °C reduz a viscosidade da fase líquida e aumenta a formação de gases, favorecendo a redução da densidade devido ao aumento no índice de inchaço (Li *et al.*, 2021b).

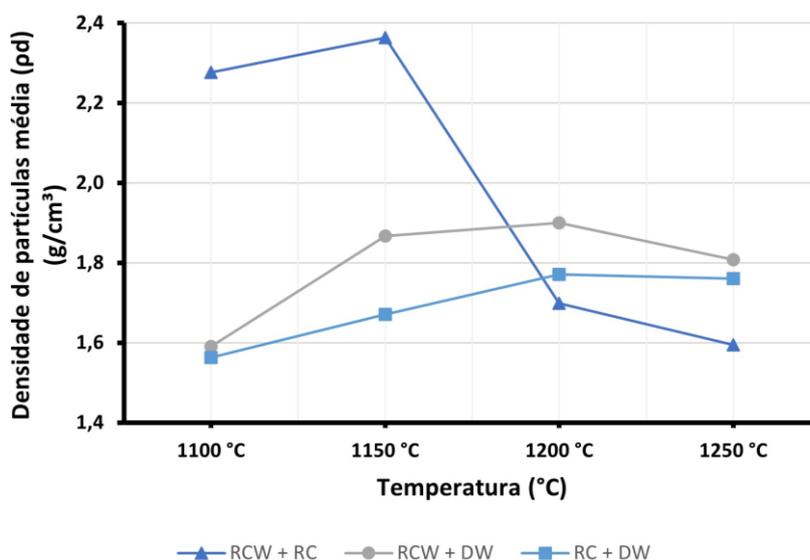


Figura 59 - Influência da temperatura sobre a ρd média das amostras

Por sua vez, a variação de ρd nas amostras RCW + DW apresentou um comportamento distinto do agrupamento anterior. A densidade de partículas média deste conjunto aumentou de 1,59 para 1,87 e depois para 1,90 g/cm³ a partir da elevação da temperatura de 1100 para 1150 e 1200 °C, nessa ordem. Em seguida houve uma redução de ρd (1,81 g/cm³), após a calcinação a 1250 °C. O efeito desta última faixa de temperatura em ρd é coerente com sua influência sobre o *BI* médio deste grupo de formulações e pode ser atribuído a uma maior: (a) formação de fase líquida e (b) retenção de gases (Li *et al.*, 2021b).

Conforme a Figura 59, nota-se certa semelhança entre os conjuntos de amostras RCW + DW e RC + DW, quanto ao comportamento da densidade de partículas frente à elevação de temperatura. Neste último agrupamento, houve um acréscimo contínuo de ρd de 1,56 para 1,67 e 1,77 g/cm³, quando a taxa de aquecimento subiu de 1100 para 1150 e 1200 °C, respectivamente. Depois, houve uma pequena redução para 1,76 g/cm³, a 1250 °C. Estes resultados robustecem a tese de que tais misturas possuem um menor potencial para retenção de gases. No entanto, cabe destacar os baixos índices de densidade obtidos, principalmente nas temperaturas de 1100 e 1150 °C.

5.2.3.2 Amostras Ternárias

Da mesma forma que na seção anterior, os dados de densidade de partículas também foram analisados nas amostras elaboradas com traços ternários. A Tabela 16 apresenta os resultados de ρd e o comportamento individual de cada formulação frente à elevação de temperatura. Com base nos resultados apresentados e considerando que a ρd aceitável para os LWAs é $2,0 \text{ g/cm}^3$ (BSI, 2002), é possível afirmar que 29 dos 44 espécimes elaborados neste grupo apresentaram densidade adequada para fabricação de agregados leves. Além disso, todas as misturas ternárias atenderam ao critério de densidade citado, em pelo menos dois dos intervalos de sinterização aplicados.

Tabela 16 - Densidade de partículas (ρd) das misturas Ternárias (g/cm^3)

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
T1	1,84	2,04	2,18	1,90	
T2	2,08	2,29	2,00	1,78	
T3	1,93	2,18	2,20	1,83	
T4	1,77	1,96	2,14	1,93	
T5	2,19	2,35	1,75	1,71	
T6	1,56	1,68	1,80	1,89	
T7	1,70	1,95	2,18	1,96	
T8	1,59	1,75	1,94	2,03	
T9	2,12	2,39	1,70	1,68	
T10	1,60	1,82	2,06	2,05	
T11	1,44	1,56	1,72	1,80	

Conforme a Tabela 16, a menor densidade de partículas encontrada foi de aproximadamente $1,44 \text{ g/cm}^3$, sendo identificada na amostra T11 quando sinterizada a 1100 °C . Por outro lado, o maior valor de ρd foi detectado em T9 a 1150 °C , o material citado apresentou uma densidade de partículas de $2,39 \text{ g/cm}^3$. Estes dados possuem uma forte coerência com os resultados apresentados nas amostras binárias. A formulação T11, por exemplo, possui 72% de DW em sua composição. Isto reforça a proposição de que há uma forte correlação negativa entre o teor do resíduo de diatomita e os dados de ρd . Enquanto isso, os dados de T9 a 1150 °C robustecem a tese de que o resíduo da cerâmica vermelha possui um menor potencial de inchaço em temperaturas inferiores a 1200 °C , uma vez que o exemplar citado possui 71% de RCW em sua composição.

De acordo com a Tabela 16, mais de 80% das formulações sinterizadas a 1250 °C resultaram em grânulos com ρd inferior a 2,0 g/cm³. Além disso, na maioria dos casos, o uso desta faixa de temperatura resultou em redução da densidade. A amostra T1, por exemplo, apresentou ganhos de ρd de 1,84 para 2,04 e depois para 2,18 g/cm³ durante a elevação da temperatura de 1100 para 1150 e 1200 °C, respectivamente. Depois, houve uma significativa diminuição para 1,90 g/cm³, após a queima a 1250 °C. Este resultado possui uma forte correlação com os índices de inchaço relativo (Apêndice D) e de perda de massa (Figura 55), notados em T1 a 1250 °C.

5.2.4 Porosidade fechada (P_c)

5.2.4.1 Amostras Binárias

A porosidade fechada (P_c) foi calculada a partir da diferença entre a porosidade total (P_T), a porosidade aberta (P_O) e os resultados das amostras binárias são apresentados na Tabela 17. Por sua vez, os valores de P_T , P_O , Dt e ρ_s , utilizados no cálculo de P_c , estão disponíveis nos Apêndices E e F.

Conforme a Tabela 17, os valores de porosidade fechada variaram de 2,8 a 49,7%, sendo identificados nas amostras B14 e B20, respectivamente. Considerando que em ambos os casos a temperatura de sinterização aplicada foi de 1250 °C, é possível supor que a influência do teor de matérias-primas em P_c é mais forte do que o efeito provocado pela metodologia de queima. Contudo, na maioria dos casos, nota-se uma forte correlação positiva entre a temperatura de sinterização e os dados de P_c . Isto indica que a taxa de aquecimento também possui uma influência significativa sobre tais resultados.

As amostras elaboradas através da mistura de RCW e RC apresentaram ganhos progressivos de P_c a partir da elevação de temperatura, independentemente do teor de RCW aplicado. Na amostra B2, por exemplo, a porosidade fechada aumentou de 8,4 para 37,3% quando a temperatura subiu de 1100 para 1250 °C. Neste mesmo intervalo de temperatura, o índice de inchaço e a densidade de partículas de B2 variaram de -29,5 para 19,5% e de 2,19 para 1,60 g/cm³, respectivamente. Sabe-se que a elevação da porosidade fechada possui uma forte correlação com a expansão dos grânulos (Moreno-Maroto *et al.*, 2020). Assim, os resultados encontrados neste agrupamento são coerentes com os seus respectivos dados de BI e ρd .

Com exceção da amostra B14, as demais amostras do agrupamento RCW + DW apresentaram um desenvolvimento de P_c semelhante ao conjunto anterior. Por exemplo, a porosidade fechada de B7 a 1100 °C é inferior a 5%, enquanto isso, a 1250 °C, nota-se uma

P_c maior que 33%. Contudo, os dados de P_c neste conjunto são, em média, inferiores aos valores obtidos nas formulações RCW + RC. Este efeito é acentuado com o incremento nos teores de DW. Esta redução nos valores da porosidade fechada tende a estar relacionada à perda dos gases liberados durante a decomposição dos minerais presentes em tais amostras (Molinari *et al.*, 2020). Tal proposição também é suportada pelos dados do P_c da amostra B14.

Tabela 17 - Porosidade fechada (P_c) das misturas Binárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
B1	7,3%	6,3%	31,2%	43,0%	
B2	8,4%	7,8%	31,3%	37,3%	
B3	8,5%	9,3%	36,4%	36,6%	
B4	6,7%	9,8%	35,6%	35,8%	
B5	5,6%	11,5%	35,3%	36,9%	
B6	4,8%	15,3%	35,5%	36,6%	
B7	4,7%	4,6%	27,9%	33,1%	
B8	5,8%	6,6%	21,4%	29,9%	
B9	5,4%	7,1%	9,5%	25,5%	
B10	5,4%	7,0%	8,3%	20,0%	
B11	6,2%	7,0%	9,9%	12,2%	
B12	4,5%	5,5%	8,6%	11,1%	
B13	4,8%	5,5%	7,0%	8,3%	
B14	3,3%	3,1%	2,8%	2,8%	
B15	5,8%	5,8%	5,5%	6,0%	
B16	5,4%	6,3%	6,1%	7,7%	
B17	5,1%	6,1%	7,1%	9,3%	
B18	5,5%	7,5%	10,2%	12,4%	
B19	7,3%	10,0%	11,1%	20,4%	
B20	22,7%	46,3%	49,7%	49,7%	

De acordo com a Tabela 17, as amostras elaboradas a partir da mistura de RC com DW também apresentaram ganhos de porosidade fechada com o incremento de temperatura. Na mistura B19, por exemplo, a elevação na taxa de aquecimento de 1100 para 1250 °C resultou na elevação de P_c de 7,3 para 20,4%, nessa ordem. Isto possui uma forte correlação com o inchaço relativo da amostra em questão (Figura 45). De modo geral, o aumento na porosidade fechada nos agregados leves afetará propriedades fundamentais dos LWAs, como, por exemplo: resistência e absorção de água (Ke *et al.*, 2009), (Moreno-Maroto *et al.*, 2020). Isto será discutido nas próximas seções.

De forma geral, os resultados das amostras binárias demonstram o elevado potencial destas formulações para fabricação de LWAs. Conforme Moreno-Maroto *et al.* (2020), normalmente, a elevação de temperatura resulta em redução de porosidade, devido à sinterização do material. No entanto, nota-se um efeito inverso na maioria das amostras. Aparentemente, a elevação da porosidade fechada está relacionada à retenção de gases. Além disso, os dados da porosidade aberta (Apêndice F) indicam um aumento na formação de fase líquida a partir da elevação de temperatura, uma vez que os valores de P_o quase sempre diminuiriam após a ascensão da taxa de aquecimento.

5.2.4.1.1 Influência das matérias-primas na P_c das amostras

A influência dos materiais de partida sobre a porosidade fechada das amostras binárias também foi analisada. A Figura 60 apresenta o efeito de RCW no P_c das formulações RCW + RC.

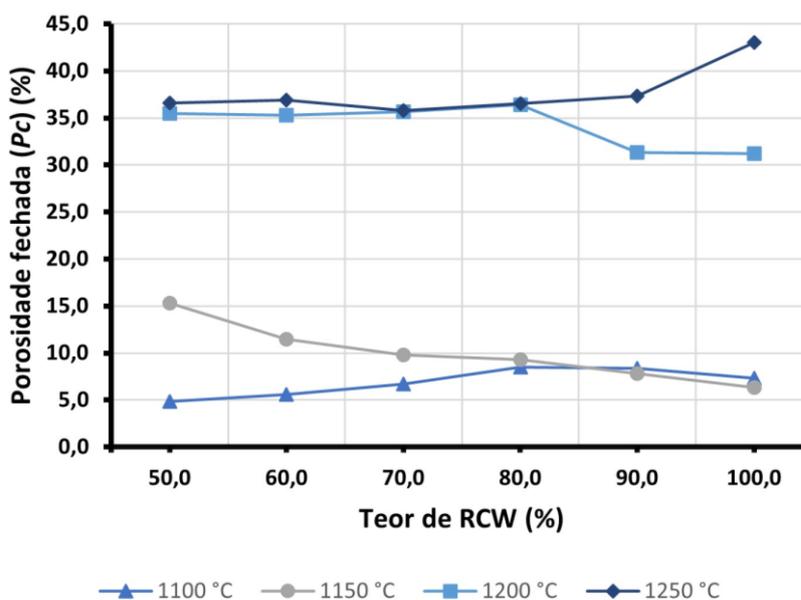


Figura 60 - Influência do RCW na P_c das misturas RCW + RC.

Por sua vez, a variação de P_c neste agrupamento possui dois esquemas distintos. Inicialmente, para temperaturas de 1100 e 1150 °C, os valores de P_c são relativamente baixos. Depois, com o aumento na temperatura de sinterização, tais formulações exibem um incremento significativo nos valores de porosidade fechada. No primeiro caso, a 1150 °C, percebe-se uma correlação negativa entre RCW e P_c . Isto é coerente com a tendência de contração identificada anteriormente (Figura 46). No segundo caso, teores mais elevados de RCW resultaram em ganhos de porosidade fechada, a 1250 °C. Estes dados são suportados pelos resultados de BI deste conjunto.

A Figura 61 apresenta o efeito da adição de RCW na porosidade fechada das misturas RCW + DW. A 1100 e 1150 °C há uma pequena variação entre os resultados de P_c , independentemente do teor de RCW utilizado. No entanto, nas faixas de temperatura mais elevadas, percebe-se uma forte correlação positiva entre a quantidade de RCW e o resultado de P_c . A título de exemplo, a 1250 °C, a porosidade fechada deste agrupamento subiu de 8,3 para 20,0 e depois para 33,1%, quando o teor de RCW cresceu de 30 para 60 e 90%, respectivamente. De acordo com os relatos de Arriagada *et al.* (2019), é possível supor que a utilização de RCW pode potencializar o isolamento térmico dos LWAs fabricados. Segundo os autores, materiais com alta P_c , normalmente, diminuem a condutividade térmica, reduzindo inclusive a transferência de calor por convecção.

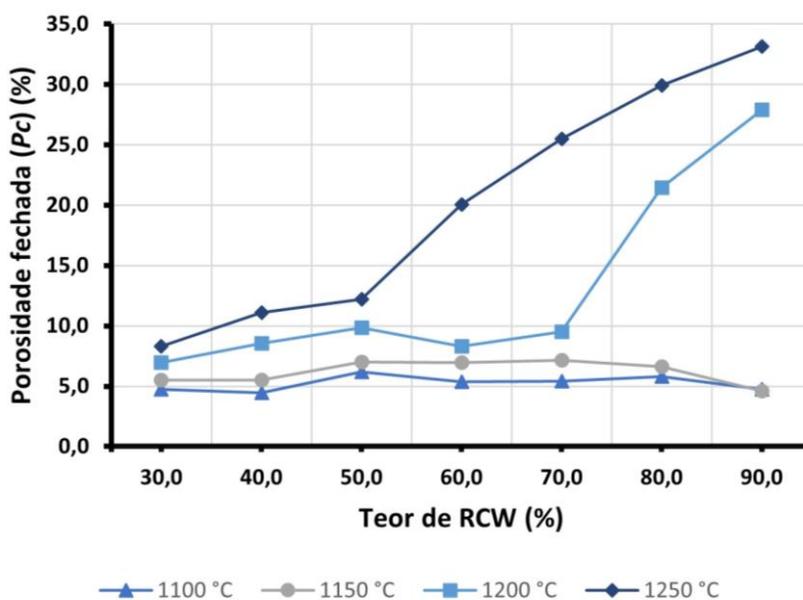


Figura 61 - Influência do RCW na P_c das misturas RCW + DW.

A influência que o resíduo de diatomita exerce sobre a porosidade fechada das misturas elaboradas com RC + DW pode ser comprovada a partir da Figura 62. Os dados mostram que, normalmente, um aumento na proporção de DW acarreta uma redução da

porosidade fechada dos grânulos. Uma avaliação mais completa sobre o desenvolvimento de P_c neste conjunto de amostras pode ser realizada a partir de uma avaliação conjunta com o Apêndice F. A 1250 °C, por exemplo, é possível perceber que a porosidade aberta cresce significativamente com o incremento de DW. Em outras palavras, altos teores de DW favorecem a formação de porosidade aberta, devido à perda do gás gerado em temperaturas mais elevadas (Molinari *et al.*, 2020). Além disso, a elevação de P_o pode ampliar significativamente a absorção de água das amostras.

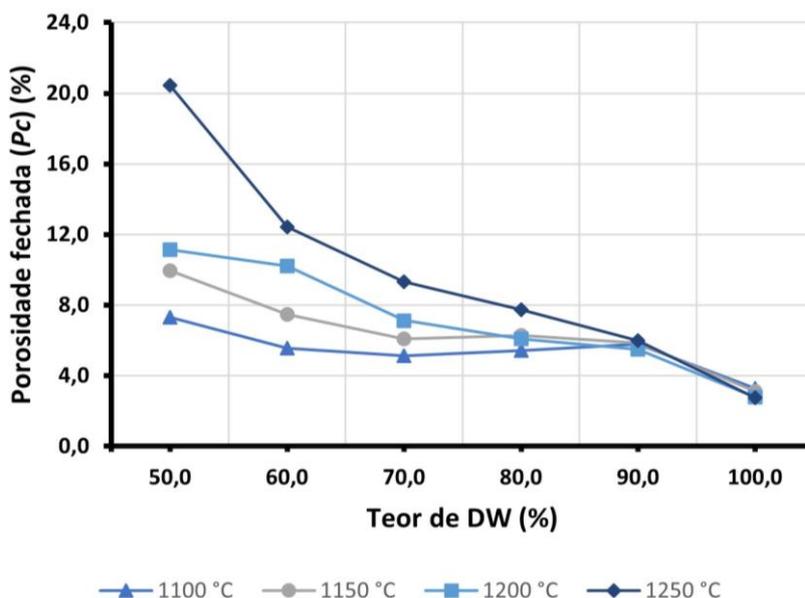


Figura 62 - Influência do DW na P_c das misturas RC + DW.

5.2.4.1.2 Influência da temperatura de sinterização na P_c das amostras

O método de sinterização adotado também afetou o desenvolvimento da estrutura porosa das amostras. De acordo com a Figura 63, os três conjuntos de misturas binárias apresentaram uma correlação positiva entre a temperatura de queima e os dados de P_c média. No conjunto de amostras RCW + RC, por exemplo, a porosidade fechada média aumentou de 6,9 para 10,0, depois para 34,2 e em seguida para 37,7%, a partir da elevação da temperatura de 1100 para 1150, 1200 e 1250 °C, respectivamente. Aparentemente, a elevação da temperatura de sinterização favoreceu a expansão de gases dentro dos poros fechados. Isto é coerente com os dados de BI médio, apresentados na Figura 49.

Com base nos dados da Figura 63 e nos relatos apresentados por Moreno-Maroto *et al.* (2020), é possível pressupor que, de forma geral: (a) durante a sinterização até 1100 °C ocorre uma perda significativa do gás gerado, resultando em baixos índices de porosidade fechada, (b) com a elevação da taxa de aquecimento ocorre uma neoformação de porosidade

fechada, oriunda da formação de fase líquida e da retenção de uma certa quantidade de gases e (c) para temperaturas de queima mais elevadas acontece, simultaneamente, a formação de uma fase líquida com viscosidade adequada e a decomposição térmica de alguns minerais. Assim sendo, ocorre o desenvolvimento de uma nova porosidade e uma ampliação no tamanho dos poros fechados.

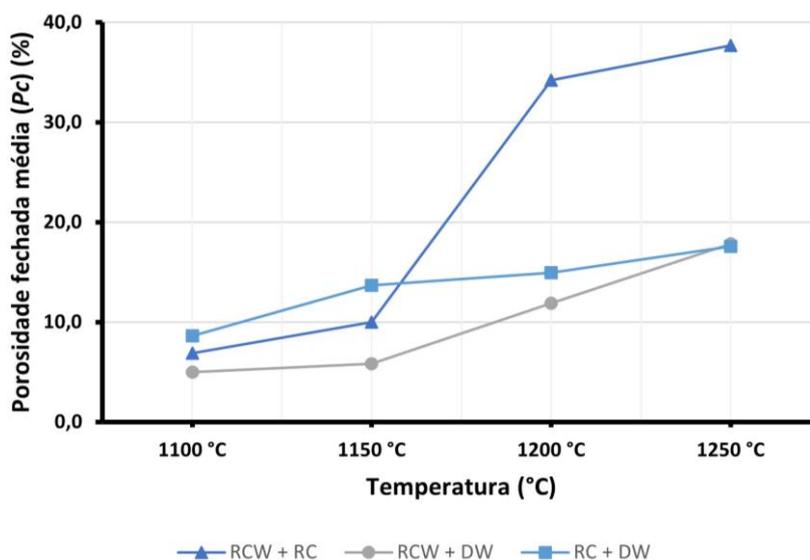


Figura 63 - Influência da temperatura sobre a P_c média das amostras

5.2.4.2 Amostras Ternárias

Os dados de porosidade fechada das onze formulações ternárias são apresentados na Tabela 18. De forma idêntica à secção anterior, os resultados de porosidade total (P_T), porosidade aberta (P_O), densidade real (D_t) e densidade das amostras secas (ρ_s) foram compilados e estão disponíveis nos Apêndices G e H.

Conforme a Tabela 18, todas as amostras ternárias apresentaram um comportamento semelhante quanto ao desenvolvimento da P_c diante da elevação da temperatura. De modo geral, o aumento da taxa de sinterização resultou em ganhos de porosidade fechada. Os valores de P_c variaram de 5,3 a 33,9%, sendo estes identificados respectivamente nas formulações T7 a 1100 °C e T9 a 1250 °C. Estes resultados corroboram com os dados apresentados pelas misturas binárias, uma vez que os constituintes principais de T7 e T9 são o DW e RCW, nessa ordem.

Tabela 18 - Porosidade fechada (P_c) das misturas Ternárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
T1	6,7%	10,3%	10,4%	21,6%	
T2	8,2%	8,5%	18,9%	27,6%	
T3	7,2%	9,7%	11,0%	25,2%	
T4	6,3%	9,9%	10,9%	20,0%	
T5	7,7%	7,8%	29,8%	31,8%	
T6	5,7%	7,3%	9,4%	11,2%	
T7	5,3%	8,6%	10,4%	19,7%	
T8	6,7%	8,1%	11,4%	14,8%	
T9	8,6%	7,2%	32,4%	33,9%	
T10	7,3%	9,2%	12,5%	15,8%	
T11	6,8%	8,7%	10,2%	10,8%	

Baixos índices de porosidade fechada também foram identificados na amostra T11. Nesta formulação, os valores de P_c cresceram progressivamente de 6,8 para 10,8% com o aumento da temperatura de queima de 1100 para 1250 °C. Cabe ressaltar que o índice encontrado a 1250 °C é o menor valor detectado neste conjunto de amostras, para esta faixa de temperatura. Isto corrobora com os relatos de índice de inchaço relativo de T11, uma vez que tal formulação sequer experimentou o fenômeno de expansão durante a queima. Além disso, o alto teor de DW em T11 parece prejudicar o desenvolvimento da porosidade fechada, principalmente a 1250 °C. Segundo Molinari *et al.* (2020), esta influência de DW pode ser atribuída a um baixo encapsulamento dos gases produzidos nesta faixa de temperatura.

Por outro lado, em temperaturas de 1200 e 1250 °C, a utilização de porcentagens mais elevadas de RCW resultou, normalmente, em aumento nos índices de P_c . A título de exemplo, na amostra T9, elaborada com 71% de RCW, a porosidade fechada passou de 8,6 para 33,9% após a variação do aquecimento de 1100 para 1250 °C. Além disso, há uma forte correlação negativa entre porosidade aberta e fechada, independentemente da faixa de temperatura adotada (Apêndice H). Assim, é possível presumir que a utilização de RCW favorece o desenvolvimento de uma estrutura mais porosa, a 1200 e 1250 °C.

5.2.5 Absorção de água (WA_{24H})

5.2.5.1 Amostras Binárias

Os resultados da absorção de água das formulações binárias, elaboradas em 4 distintas temperaturas de sinterização, são mostrados na Tabela 19. Ao todo, 65 dos 80 espécimes elaborados apresentaram $WA_{24H} < 20,0\%$. Estes resultados são animadores, uma vez que, de acordo com o observado na literatura, a WA_{24H} exigida para agregados leves aplicados em concreto de alta resistência e concreto leve estrutural é normalmente inferior a 20,0% (Souza *et al.*, 2020). Além disso, em 61,3% dos exemplares, a absorção de água após 24 horas de imersão foi menor do que 10,0%, indicando que a superfície destas amostras foi bem vitrificada (Huang *et al.*, 2007), (Tuan *et al.*, 2013).

Tabela 19 - Absorção de água (WA_{24H}) das misturas Binárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
B1	6,7%	0,7%	0,6%	1,7%	
B2	4,2%	0,5%	0,4%	0,7%	
B3	3,4%	0,3%	0,6%	0,5%	
B4	2,4%	0,2%	0,5%	0,6%	
B5	1,6%	0,1%	0,4%	0,5%	
B6	0,6%	0,1%	0,4%	0,4%	
B7	10,5%	1,1%	1,0%	1,1%	
B8	12,0%	2,0%	1,4%	1,1%	
B9	15,9%	4,4%	1,0%	1,4%	
B10	19,4%	8,7%	1,5%	1,5%	
B11	22,5%	13,6%	3,8%	1,2%	
B12	26,8%	18,8%	8,9%	3,6%	
B13	29,2%	23,6%	15,0%	12,0%	
B14	44,7%	41,6%	39,4%	37,2%	
B15	30,7%	28,6%	27,7%	26,9%	
B16	25,1%	22,3%	19,3%	17,6%	
B17	22,7%	18,3%	13,5%	10,6%	
B18	16,1%	10,9%	5,3%	2,0%	
B19	11,4%	5,8%	2,5%	2,0%	
B20	0,2%	0,3%	0,5%	0,3%	

Em muitos casos, nota-se uma correlação negativa entre a temperatura de sinterização e os dados de WA_{24H} . Entretanto, percebe-se certa discrepância no comportamento das formulações elaboradas a partir da mistura de RCW com RC, em temperaturas de no mínimo 1200 °C. Na formulação B1, por exemplo, o material se torna quase impermeável, com índices de absorção de 0,7 e 0,6%, quando sinterizado a 1150 e 1200 °C, respectivamente. Em seguida, este agregado apresenta ganhos de WA_{24H} , atingindo um índice de absorção de 1,7% a 1250 °C. Aparentemente, a diminuição da porosidade aberta notada a 1150 e 1200 °C (Apêndice F), resultou na diminuição significativa de WA_{24H} . Igualmente, um acréscimo de Po notado inclusive na superfície de B1 a 1250 °C (Figura 44), contribuiu para o aumento na capacidade de absorção desta amostra.

Conforme a Tabela 19, os dados de absorção de água do grupo de misturas RCW + DW são, normalmente, mais elevados do que os resultados encontrados no agrupamento anterior. Além disso, de forma geral, nota-se uma forte correlação positiva entre o teor de DW e os resultados de WA_{24H} , independentemente da faixa de temperatura adotada. A título de exemplo, quando se comparam os resultados das amostras B13 e B14 a 1250 °C, percebe-se que a substituição de RCW por DW resultou num aumento de WA_{24H} superior a 200%. A propósito, os resultados encontrados em B14 apontam que o material terá uma baixa adequação comercial, uma vez que a capacidade máxima de absorção de água exigida em LWAs comerciais é, normalmente, inferior a 38% (Souza *et al.*, 2020).

De forma análoga ao conjunto anterior, o grupo de formulações elaboradas com RC + DW também apresentou ganhos de absorção de água com o incremento de DW, em todos os intervalos de calcinação adotados neste estudo. A amostra B15, por exemplo, apresentou uma pequena variação nos resultados, passando de 30,7% a 1100 °C para 26,9% a 1250 °C. No entanto, tais resultados prejudicam seu potencial de aplicação. Ao que tudo indica, o aumento nos teores de DW tende a provocar elevação na porosidade conectada à superfície, reduzindo a impermeabilidade da casca dos grânulos. Isto é suportado pelos dados de porosidade aberta (Apêndice F).

5.2.5.1.1 Influência das matérias-primas na WA_{24H} das amostras

O desenvolvimento da absorção de água a partir da variação do teor de RCW e da temperatura de sinterização, nas amostras fabricadas a partir da mistura de RCW com RC, é apresentado na Figura 64. Para temperaturas de 1100 °C, nota-se uma forte correlação positiva entre a porcentagem de RCW utilizada e o valor de WA_{24H} obtido. Isto pode ser atribuído ao fato de que o RCW possui uma elevada estabilidade térmica, principalmente em

temperaturas próximas às usadas na fabricação dos componentes cerâmicos. Assim, uma baixa taxa de sinterização, evidentemente, resulta numa menor formação de fase líquida e no comprometimento de sua viscosidade, resultando em uma alta porosidade aberta e, conseqüentemente, em uma elevada absorção de água (Tuan *et al.*, 2013), (Ayati *et al.*, 2018). Esta tese ganha força ao se perceber que para temperaturas mais elevadas os dados de absorção de água tornam-se relativamente mais baixos.

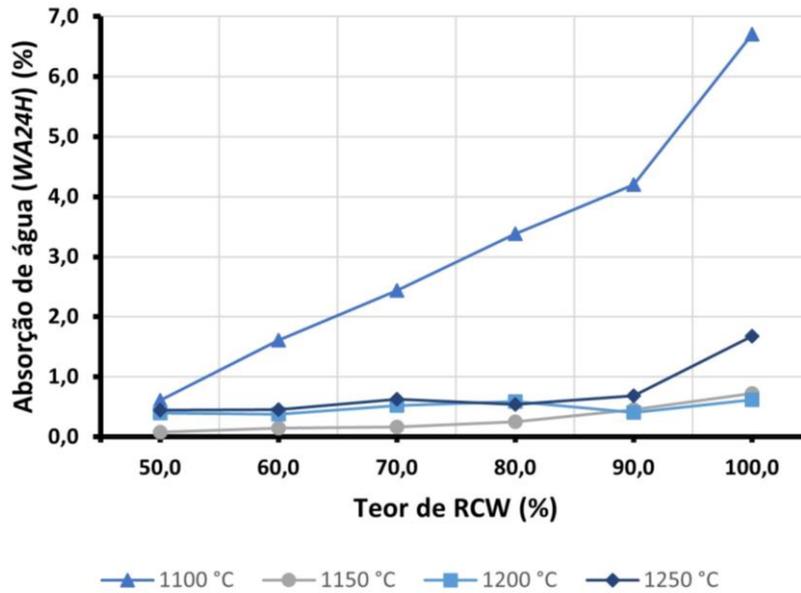


Figura 64 - Influência do RCW na WA_{24H} das misturas RCW + RC.

O efeito da variação do resíduo da cerâmica vermelha na WA_{24H} do conjunto de amostras RCW + DW é mostrado na Figura 65.

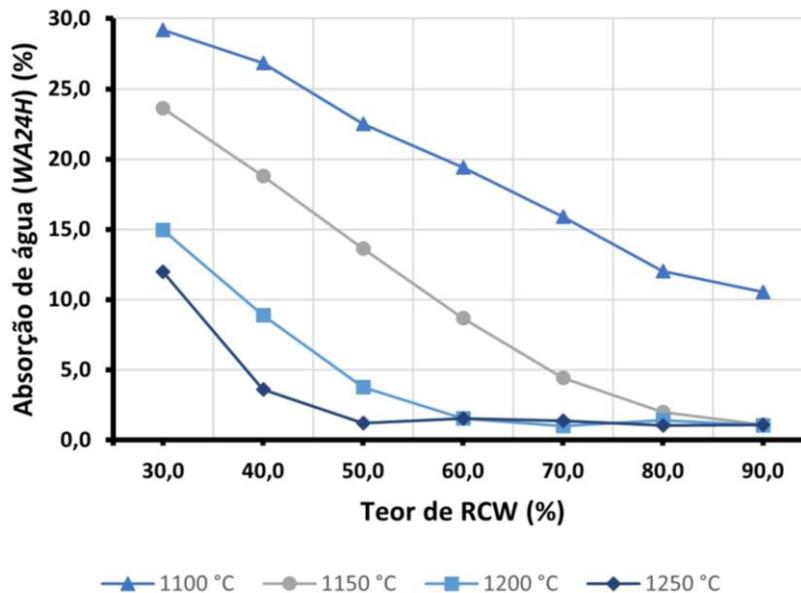


Figura 65 - Influência do RCW na WA_{24H} das misturas RCW + DW.

De forma geral, nota-se uma tendência de redução da capacidade de absorção de água das amostras com a elevação dos teores de RCW. Por exemplo, a 1200 °C, a WA_{24H} diminuiu de 15,0 para 1,0%, a partir da elevação nas proporções de RCW de 30 para 90%, respectivamente. Conforme o apêndice F, nesta faixa de temperatura também há uma forte correlação negativa entre o teor de RCW e a porosidade aberta das amostras. Assim, a contribuição de RCW para o desenvolvimento de fase líquida é, aparentemente, mais significativa do que o efeito provocado por DW.

Para avaliar a influência do incremento de resíduo de diatomita na WA_{24H} das formulações elaboradas em conjunto com argila, verificaram-se os dados da substituição de 50 a 100% de RC por DW (Figura 66). Inalteradamente, o acréscimo da adição de DW teve como consequência o aumento nos índices de absorção de água. Em outras palavras, amostras contendo 50 ou 60% de DW apresentam uma WA_{24H} significativamente menor do que os espécimes elaborados com 80 ou 90% do resíduo em questão. Provavelmente, durante a utilização de maiores teores de DW houve a formação de uma superfície menos densa e mais permeável, o que favoreceu a penetração da água nestas amostras.

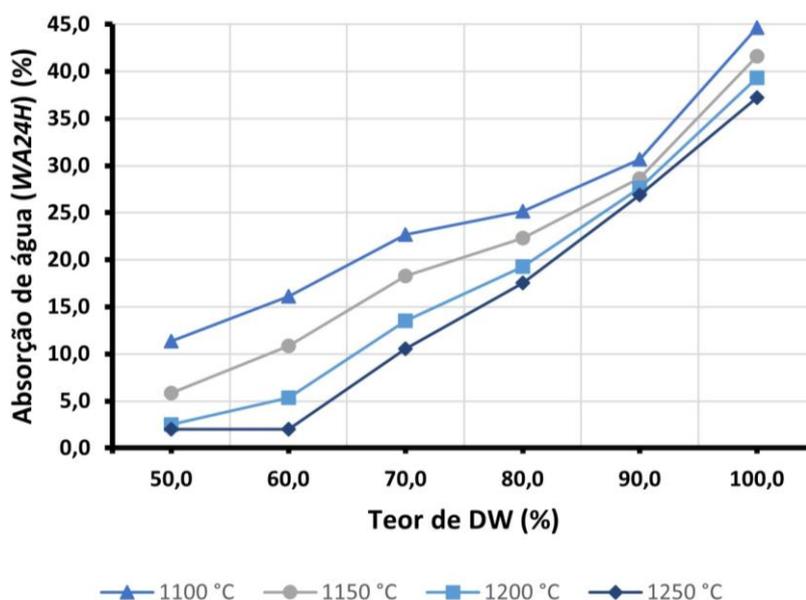


Figura 66 - Influência do DW na WA_{24H} das misturas RC + DW.

5.2.5.1.2 Influência da temperatura de sinterização na WA_{24H} das amostras

Finalmente, as alterações da absorção de água das amostras binárias provocadas pela variação na temperatura de queima estão representadas na Figura 67. De forma geral, agregados fabricados a partir de RCW + RC apresentam índices de WA_{24H} substancialmente menores do que os encontrados nos agrupamentos RCW + DW e RC + DW. Ao que tudo indica, a forte sinergia notada nas misturas de resíduo cerâmico e argila favoreceu a

formação de uma casca mais densa e espessa e menos permeável, retardando e limitando a percolação da água nos grânulos (Ke *et al.*, 2009).

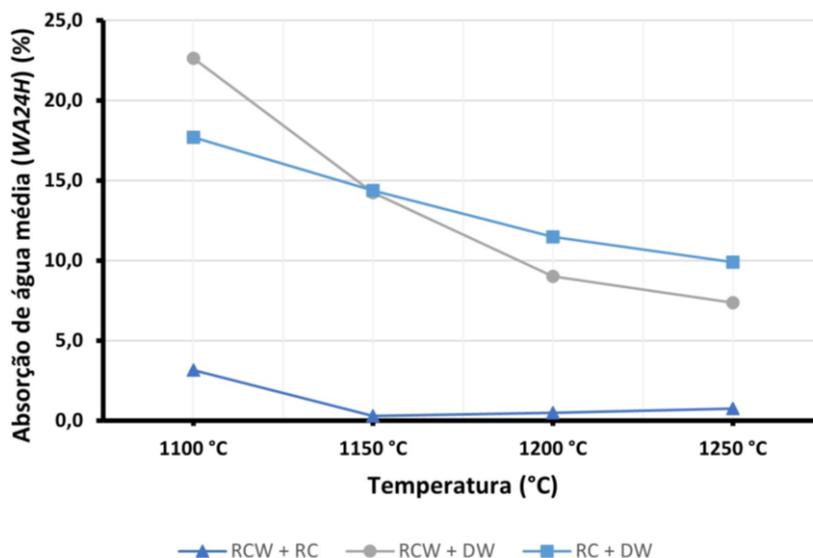


Figura 67 - Influência da temperatura sobre a WA_{24H} média das amostras

Por sua vez, os conjuntos RCW + DW e RC + DW apresentaram uma tendência de queda de WA_{24H} com a elevação da temperatura. Aparentemente, o grau de porosidade conectada à superfície do agregado diminuiu a partir da elevação de temperatura. Ou seja, com o aumento da temperatura de calcinação, a quantidade de fase líquida formada aumentou e a viscosidade desta massa líquida diminuiu.

5.2.5.2 Amostras Ternárias

Os resultados de absorção de água e do comportamento das misturas ternárias durante a elevação de temperatura são mostrados na Tabela 20. A WA_{24H} deste conjunto apresentou um valor mínimo de 0,8% e máximo de 25,1%, identificados nas amostras T9 a 1250 °C e T11 a 1100 °C, respectivamente.

Os resultados encontrados na Tabela 20 apontam um expressivo potencial para formação de uma superfície bem vitrificada, uma vez que todas as formulações apresentaram índices de absorção inferior a 10,0%, em pelo menos uma das temperaturas de sinterização adotadas (Huang *et al.*, 2007), (Tuan *et al.*, 2013). Além disso, apenas dois exemplares apresentaram $WA_{24H} > 20,0\%$. Conforme Souza *et al.* (2020), os outros 42 espécimes elaborados apresentaram uma capacidade de absorção de água adequada para utilização em concretos leves estruturais e de alta resistência.

Tabela 20 - Absorção de água (WA_{24H}) das misturas Ternárias

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
T1	11,3%	5,0%	2,0%	1,9%	
T2	5,4%	1,6%	1,8%	1,6%	
T3	9,2%	2,8%	1,5%	1,7%	
T4	13,5%	6,8%	2,3%	2,0%	
T5	3,6%	1,0%	1,6%	1,1%	
T6	20,6%	15,7%	10,5%	7,0%	
T7	16,5%	7,8%	1,9%	1,6%	
T8	19,2%	13,0%	6,2%	2,1%	
T9	5,0%	0,8%	1,2%	0,8%	
T10	18,8%	10,8%	2,9%	1,4%	
T11	25,1%	18,8%	12,5%	9,6%	

Semelhantemente aos resultados das misturas binárias, há uma tendência de redução da WA_{24H} média dos agregados a partir do incremento das proporções de RCW. A 1250 °C, por exemplo, a absorção de água média diminuiu de 9,6 para 0,8%, com o aumento nos teores de RCW de 18,0 para 71,0%, nessa ordem. Ao que tudo indica, um acréscimo de resíduo cerâmico nas misturas promove a formação de poros fechados e de uma casca superficial bem vitrificada, o que conseqüentemente reduz a absorção de água. A hipótese em questão pode ser sustentada pelos dados de porosidade fechada (Tabela 18) e pelo aspecto de algumas dessas amostras (Apêndice B).

Por sua vez, a quantidade de resíduo de diatomita apresenta uma forte correlação positiva com a capacidade de absorção de água das misturas. Tomando como exemplo as amostras T7 e T6 a 1250 °C, é possível perceber que a substituição de RCW por DW promoveu uma elevação na WA_{24H} média de 1,9 para 10,5%. O aumento nas adições de DW gera uma elevação significativa na WA_{24H} dos grânulos devido à elevação da taxa de porosidade aberta (Apêndice H) e à formação de uma casca pouco densa e muito permeável.

Avaliando os resultados da Tabela 20, também é possível perceber que o aumento da temperatura de queima exerce uma forte correlação negativa sobre a absorção de água das amostras ternárias. No tocante a WA_{24H} média, houve uma redução progressiva de 13,5 para

2,8%, quando a taxa de aquecimento foi aumentada de 1100 até 1250 °C. Assim, é possível supor que o aumento da temperatura de queima promove um maior derretimento das matérias-primas, resultando na diminuição da porosidade aberta e na formação de uma superfície bem vitrificada.

5.2.6 Resistência ao esmagamento (S)

5.2.6.1 Amostras Binárias

A Tabela 21 exibe os resultados de resistência ao esmagamento das amostras binárias, queimadas em quatro temperaturas distintas. Ao mesmo tempo, expõe-se o comportamento destas amostras durante a elevação da taxa de aquecimento.

Tabela 21 - Resistência ao esmagamento (S) das misturas Binárias (MPa)

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
B1	10,29	29,07	12,01	2,64	
B2	17,66	31,92	9,68	5,41	
B3	19,42	31,77	8,81	7,30	
B4	25,65	40,52	10,77	8,54	
B5	32,78	36,76	9,76	9,68	
B6	31,72	32,51	11,06	10,59	
B7	9,56	29,29	8,67	4,93	
B8	6,58	19,10	9,48	6,44	
B9	4,21	11,01	17,54	7,25	
B10	1,91	3,56	13,65	7,29	
B11	1,60	3,35	6,48	9,16	
B12	0,97	2,43	6,02	4,85	
B13	0,82	1,31	2,80	2,43	
B14	0,44	0,28	0,35	0,38	
B15	0,98	1,16	1,00	1,10	
B16	2,13	2,13	2,19	1,70	
B17	3,17	3,20	3,57	3,03	
B18	6,09	6,27	7,41	7,15	
B19	8,27	9,76	11,14	6,98	
B20	13,89	9,44	8,80	6,97	

Conforme a Tabela 21, a menor resistência ao esmagamento foi identificada na amostra B14 a 1150 °C ($S = 0,28$ MPa). Em contrapartida, o maior valor de S foi detectado em B4 também a 1150 °C, o espécime em questão exibiu uma resistência ao esmagamento superior a 40,0 MPa. Dessa forma, é possível sugerir que o efeito dos materiais de partidas na S das amostras é mais significativo do que a influência oriunda da variação da temperatura de sinterização.

De modo geral, as misturas binárias apresentaram resultados animadores para resistência ao esmagamento. Com exceção da amostra B14, os demais espécimes deste grupo apresentaram S superior a 1,0 MPa, em no mínimo 3 das 4 temperaturas de sinterização adotadas, demonstrando assim potencial para alguma aplicação em obras ou serviços de engenharia (Souza, 2019). Além disso, quase 80% dos exemplares elaborados apresentaram resistência ao esmagamento maior que 2,3 MPa, valor normalmente encontrado no LWA comercial brasileiro (CINEXPAN, 2019).

As formulações elaboradas a partir da mistura de RCW com RC apresentaram índices expressivos de resistência ao esmagamento quando sinterizadas a 1100 e 1150 °C. Por outro lado, há uma queda significativa nos valores de S com a elevação de temperatura. Na amostra B4, por exemplo, a resistência ao esmagamento aumentou de 25,65 para 40,52 MPa e em seguida diminuiu continuamente para 10,77 e 8,54 MPa, quando a temperatura subiu de 1100 para 1150, 1200 e 1250 °C, respectivamente. Tais resultados demonstram forte correlação com os dados de densidade e porosidade, debatidos anteriormente. Com base nos relatos de Bernhardt *et al.* (2014b), é possível supor que, em temperaturas de no mínimo 1200 °C, a alta concentração de Fe_2O_3 , presente neste agrupamento, elevou o grau de expansibilidade das amostras, aumentando sua porosidade e conseqüentemente diminuindo sua resistência ao esmagamento.

O comportamento das misturas B7 e B8 é similar ao identificado anteriormente. Entretanto, as demais amostras formuladas a partir de RCW + DW apresentaram um comportamento distinto. Isto tem uma forte correlação com as proporções das misturas. De forma geral, os espécimes com maiores teores de resíduo de diatomita apresentaram baixos valores de resistência ao esmagamento, principalmente em temperaturas de até 1150 °C. A título de exemplo, amostra B13 a 1100 °C apresentou um S de apenas 0,82 MPa, impossibilitando sua utilização em obras e serviços de engenharias (Souza, 2019). Esta redução nos valores de S a partir do incremento de DW possui uma forte correlação com a elevação da porosidade aberta, decorrente do vazamento dos gases liberados durante a

decomposição de minerais (Molinari *et al.*, 2020). Os dados das amostras B15 e B16 reforçam a tese de que altos teores de DW são prejudiciais aos LWAs.

De maneira similar ao conjunto anterior, as amostras elaboradas a partir da mistura de RC com DW apresentaram perda de resistência ao esmagamento com o incremento do resíduo de diatomita. As formulações B15 e B16, por exemplo, apresentaram valores de S inferiores ao agregado comercial relatado por Souza (2019), independentemente da faixa de temperatura adotada. Ao que tudo indica, é bem difícil produzir agregados leves comerciais com teores de DW superiores a 80%.

5.2.6.1.1 Influência das matérias-primas na S das amostras

A Figura 68 exibe a relação entre o teor de resíduo cerâmico e a resistência ao esmagamento obtida nas formulações RCW + RC. Na maioria dos casos, nota-se uma tendência de diminuição da resistência a partir da elevação da proporção de RCW. Por exemplo, em temperaturas de 1250 °C, a S da mistura formulada com 100% de RCW foi aproximadamente quatro vezes menor (2,64 MPa) do que o valor obtido na amostra elaborada com 50% de RCW (10,59 MPa). Conforme relatado anteriormente, o incremento de RCW favoreceu a formação de uma estrutura mais porosa. Isto, conseqüentemente, resultou na redução dos índices de resistência ao esmagamento, verificada na faixa de temperatura citada. Entretanto, cabe ressaltar que, independentemente do teor de RCW adicionado ou da faixa de temperatura adotada, todos os espécimes elaborados neste conjunto apresentaram valores de S superiores aos de um LWA comumente utilizado na produção de concretos estruturais (CINEXPAN, 2019).

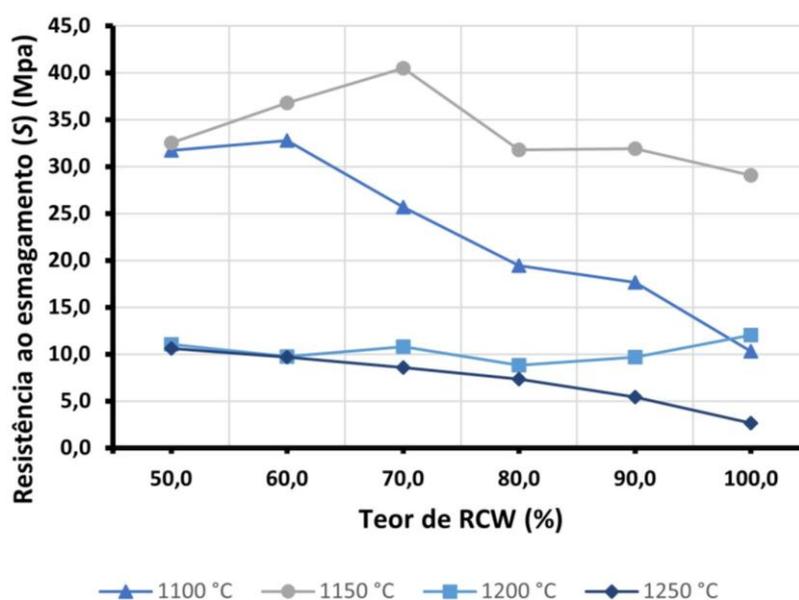


Figura 68 - Influência do RCW na S das misturas RCW + RC.

A influência da quantidade de RCW na resistência ao esmagamento das amostras elaboradas a partir de RCW + DW é mostrada na Figura 69. Analisando os dados, é possível enxergar uma grande dispersão entre os resultados encontrados. Tomando por base os valores de S a 1150 °C, é possível perceber que a resistência ao esmagamento aumenta de 1,31 para 29,29 MPa, a partir da elevação nos teores de RCW de 30 para 90%, respectivamente. Isto possui uma forte correlação com os ganhos de ρd notados nesta faixa de temperatura. Com base em Arriagada *et al.* (2019), é possível afirmar que LWAs com altos teores de RCW e sinterizados a 1150 °C podem melhorar a resistência à compressão e o módulo de elasticidade de concretos estruturais, pois aumentariam o teto de resistência, normalmente imposto pelos LWAs.

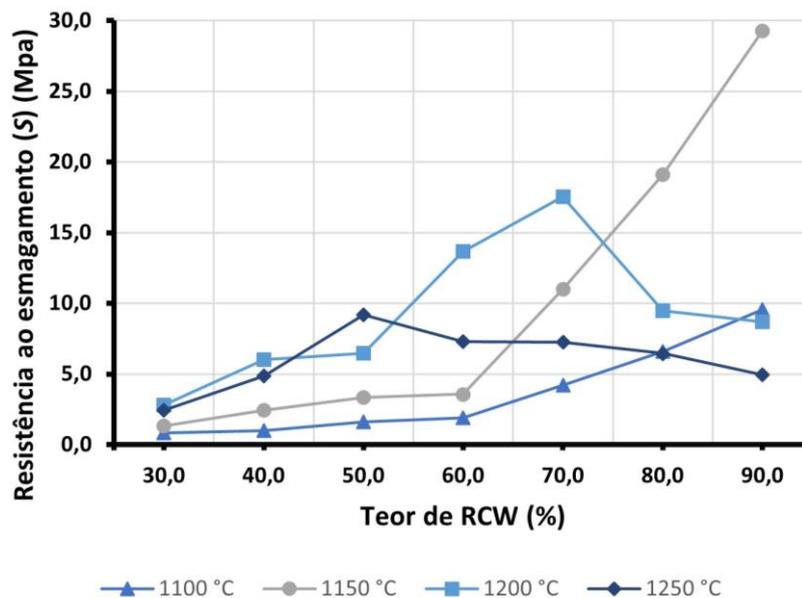


Figura 69 - Influência do RCW na S das misturas RCW + DW.

Uma análise mais detalhada sobre a influência do teor de DW na resistência ao esmagamento das amostras pertencentes ao grupo RC + DW é apresentada na Figura 70. De forma análoga aos dados de ρd (Figura 58), nota-se uma forte correlação negativa existente entre a proporção de resíduo de diatomita e os resultados de S . Por exemplo, durante a sinterização a 1200 °C, os valores de S diminuíram progressivamente de 11,14 para apenas 0,35 MPa com o aumento nos teores de DW de 50 para 100%, respectivamente. Provavelmente, a elevação nos teores de DW tende a prejudicar a viscosidade da fase líquida, devido à redução nos teores de Fe_2O_3 , resultando em uma superfície pouco vitrificada. Nota-se também uma forte influência da microestrutura porosa de DW. Isto, conseqüentemente, contribuiu para diminuição da resistência ao esmagamento (Bernhardt *et al.*, 2014b).

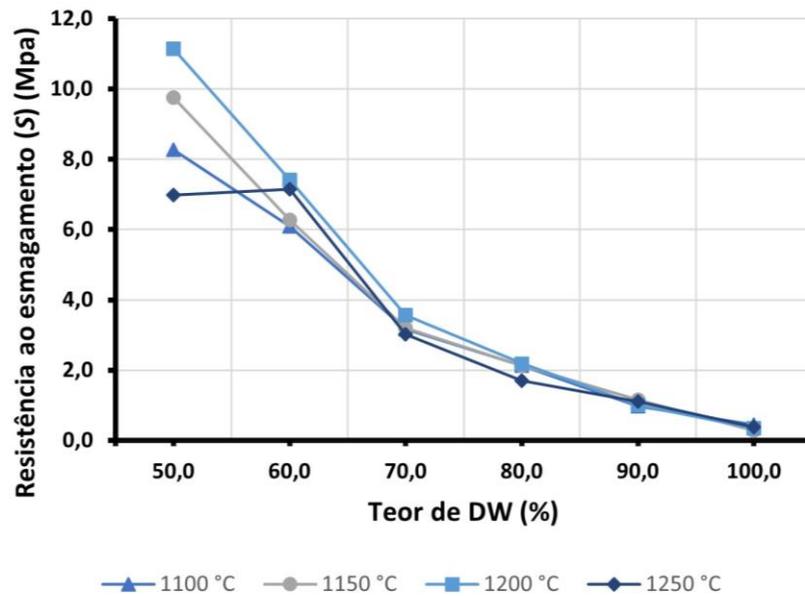


Figura 70 - Influência do DW na S das misturas RC + DW.

5.2.6.1.2 Influência da temperatura de sinterização na S das amostras

A relação entre a temperatura de sinterização adotada e a resistência ao esmagamento médio das amostras é apresentada na Figura 71.

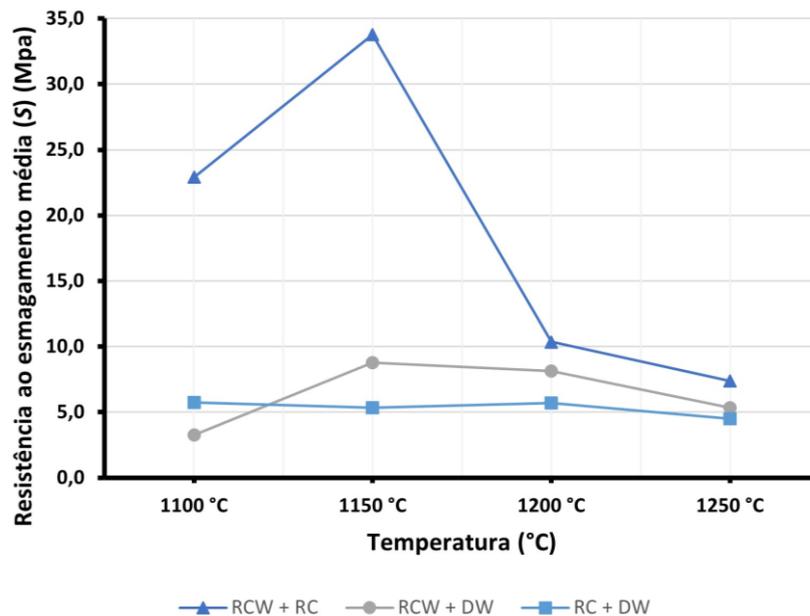


Figura 71 - Influência da temperatura sobre a S média das amostras

De modo geral, a queima dos grânulos em temperaturas maiores que 1150 °C resultou em redução de S a partir da elevação de temperatura. Isto é coerente com os resultados de P_c médio mostrados na Figura 63. Ao que tudo indica, a elevação da temperatura de queima reduz a S devido ao aumento da porosidade. Dessa forma, fundamentando-se em Arriagada

et al. (2019), é possível pressupor que esta redução da resistência mecânica pode favorecer a capacidade de isolamento térmico das amostras afetadas.

5.2.6.2 Amostras Ternárias

A resistência ao esmagamento (S) das amostras ternárias foi definida a partir do carregamento individual dos grânulos até o ponto de falha e os seus resultados são apresentados na Tabela 22. Neste conjunto de amostras, os valores de S variaram de 1,04 a 20,39 MPa, sendo identificados nas amostras T11 a 1100 °C e T9 a 1150 °C, respectivamente. Analisando os resultados, é possível perceber que, com exceção da amostra T11, os demais exemplares apresentaram valores de resistência ao esmagamento superior ao de um LWA comercializado no Brasil (CINEXPAN, 2019). Além disso, os valores de T11 foram sempre maiores do que o mínimo exigido para aplicação de LWAs em jardinagem, isolamento térmico e acústico (Souza, 2019).

Tabela 22 - Resistência ao esmagamento (S) das misturas Ternárias (MPa)

AMOSTRAS	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	COMPORTAMENTO
T1	7,46	9,95	11,57	5,00	
T2	13,29	15,39	10,81	7,10	
T3	9,63	13,52	12,82	6,48	
T4	6,54	6,66	8,89	6,46	
T5	17,88	20,22	8,35	7,37	
T6	3,08	3,36	3,31	3,63	
T7	3,57	4,94	9,24	4,75	
T8	2,86	3,29	3,27	5,18	
T9	17,18	20,39	6,73	6,35	
T10	2,98	4,35	5,95	6,08	
T11	1,04	1,83	2,26	1,92	

Conforme a Tabela 22, de modo geral, o incremento de RCW resultou em uma elevação nos índices de resistência ao esmagamento. A título de exemplo, a 1100 °C, os valores de S aumentaram de 1,04 para 17,18 MPa, quando os teores do resíduo da cerâmica vermelha foram elevados de 18 para 71%, respectivamente. Aparentemente, uma maior

quantidade de RCW na mistura favorece a formação de mais fase líquida, devido à elevação nos teores de óxidos fundentes. Isto é consistente com os resultados de densidade de partículas (Tabela 16) e absorção de água (Tabela 20). Ao mesmo tempo, o acréscimo nos teores de DW tem um efeito inverso ao notado em RCW.

Avaliando as modificações da resistência ao esmagamento das amostras ternárias, oriundas da variação na temperatura de queima é possível perceber que os valores médios de S aumentaram de 7,77 para 9,45 MPa, quando a temperatura subiu de 1100 para 1150 °C, e em seguida diminuíram para 7,57 e depois para 5,49 durante a elevação da taxa de aquecimento para 1200 e 1250 °C. Pode-se observar que tal comportamento é semelhante à variação média da densidade de partículas frente a temperatura de queima adotada (Tabela 16). Tais resultados demonstram que a sinterização a 1150 °C tende a reduzir a porosidade total (Apêndice H) e conseqüentemente promover a densificação dos grânulos, resultando em amostras com elevada resistência ao esmagamento.

5.2.7 Composição mineralógica

5.2.7.1 Amostras Binárias

A composição mineralógica de algumas amostras binárias é apresentada a seguir. Por via de regra, a presença de quartzo foi identificada em todos os espécimes analisados. Isto é coerente com os dados de DRX das matérias-primas e com os resultados obtidos em estudos anteriores (González-Corrochano *et al.*, 2016), (Souza, 2019). De modo geral, a mineralogia dos espécimes selecionados apresentou uma composição similar à de outras cerâmicas porosas (Fragoulis *et al.*, 2004), (Roufael *et al.*, 2021).

A análise de difração de raios-x da amostra B5 sinterizada a 1250 °C é exibida a seguir na Figura 72. A composição mineralógica de B5 exibiu a presença de cordierita, magnetita, mulita e quartzo. Com base em Shuguang *et al.* (2010), é possível supor que a formação de picos de cordierita em B5 é oriunda de reações entre o MgO, presente em RC, e a mulita recém-formada. De acordo com os autores, a formação de cordierita tende a evitar a formação de fissuras na superfície dos grânulos, contribuindo para a redução da absorção de água. Isto corrobora com os baixos índices de WA_{24H} do agregado em questão (Tabela 19).

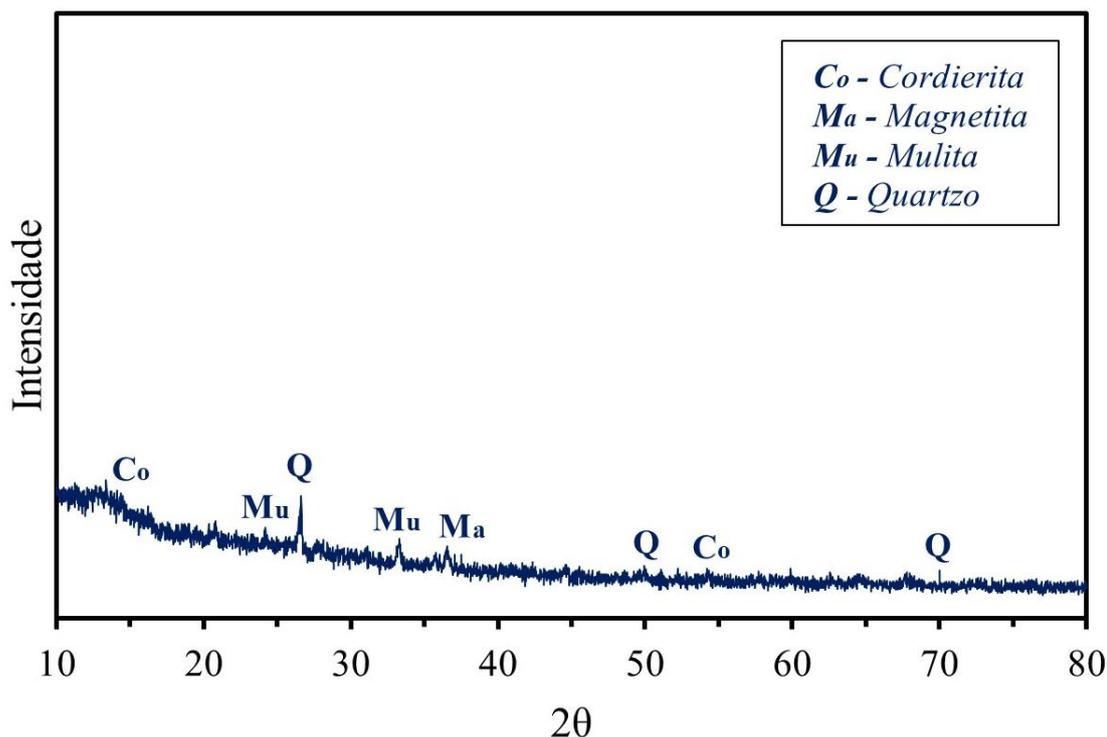


Figura 72 - Padrão de difração de DRX da amostra B5 a 1250 °C.

Por sua vez, a formação de picos característicos de mulita em B5 denota o elevado potencial desta mistura para elaboração de cerâmicas porosas. De acordo com o observado na literatura, a transformação térmica dos minerais de ilita e/ou biotita em mulita é essencial para liberação de gases e na formação de uma estrutura com maior resistência (González-Corrochano *et al.*, 2016), (Piszcz-Karás *et al.*, 2019). Aparentemente, o alto teor de Al_2O_3 contido na argila vermelha favoreceu a geração de uma fonte adicional de mulita (Li *et al.*, 2023).

Além disso, um pico da fase magnetita foi verificado em B5. Conforme Bernhardt *et al.* (2014) e Soltan *et al.* (2016), transformações térmicas de hematita em magnetita ocorrem a partir de reações de dissociação em temperaturas de até 1200 °C, resultando na liberação de oxigênio. Dessa forma, é possível pressupor que o teor de RCW utilizado em B5 exerceu um significativo efeito sobre uma das condições primordiais para o inchaço, a geração de gases durante a deformação piropástica (Riley, 1951). Também cabe ressaltar que a magnetita, bem como a mulita, são por vezes relatadas na mineralogia de LWAs comerciais (Fragoulis *et al.*, 2004), (Roufael *et al.*, 2021).

A Figura 73 exhibe os padrões de DRX da formulação B7 a 1250 °C. Pode-se notar que os grânulos de agregado em questão consistem principalmente em hematita, magnetita e quartzo.

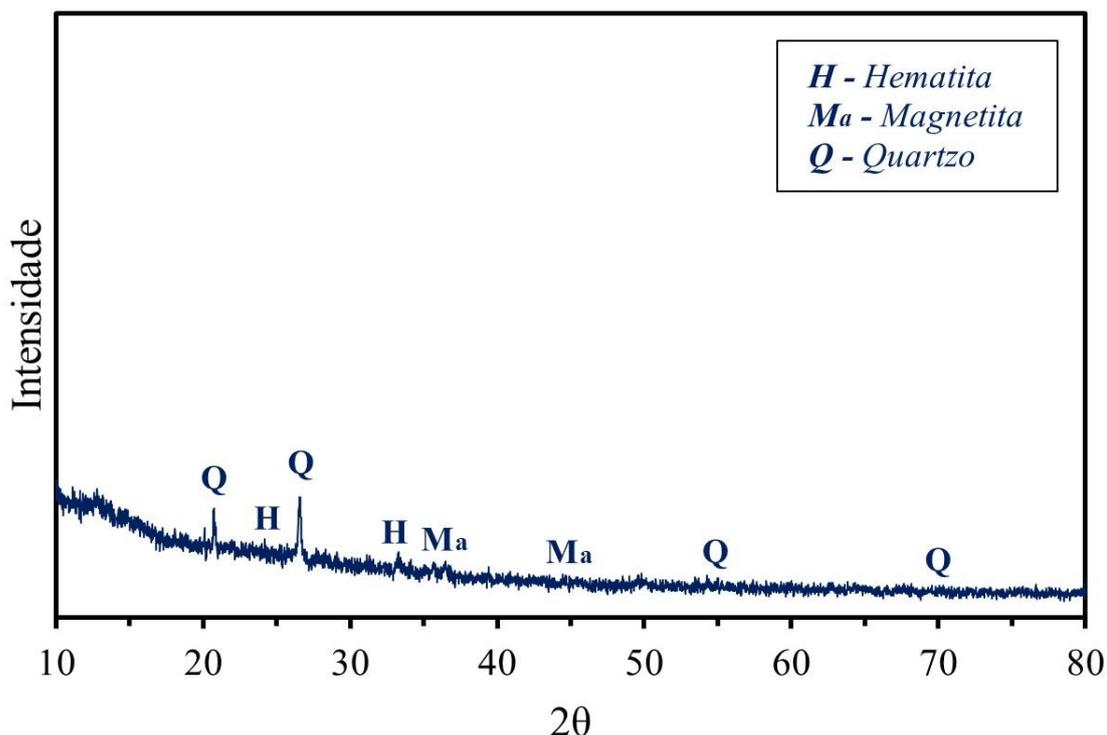


Figura 73 - Padrão de difração de DRX da amostra B7 a 1250 °C.

Os resultados encontrados em B7 reforçam a tese de que o RCW possui um forte potencial para fabricação de agregados leves. O alto teor de Fe_2O_3 presente na amostra em questão favoreceu a permanência de alguns picos de hematita. Segundo Li *et al.* (2023), os óxidos de ferro são normalmente dissolvidos na estrutura dos aluminossilicatos em temperaturas próximas a 1200 °C, favorecendo a formação de uma maior fase líquida. Ao mesmo tempo, a presença de hematita em B7 pode ter favorecido a liberação de gases. Aparentemente, a fase líquida formada a partir de 1200 °C reduziu a pressão parcial de oxigênio de Fe_2O_3 , proporcionando a liberação O_2 devido à decomposição de óxidos (Balapour *et al.*, 2022), (Tang *et al.*, 2023). Isto é coerente com a alta capacidade de expansão demonstrada por B7 (Tabela 13).

De forma análoga à amostra B5, a formulação B7 também apresentou picos de magnetita em sua composição. Com base nos resultados apresentados por Soltan *et al.* (2016), é possível sugerir que, em temperaturas mais elevadas, a oxidação dos compostos ferrosos de alguns argilominerais de B7 culminaram na redução em magnetita e na liberação de oxigênio. A ausência dos picos de biotita, ilita e muscovita, presentes nos materiais de partida que compõe tal formulação, também reforça a proposição de que houve uma significativa liberação de gases devido à dissociação dos argilominerais de B7.

A formulação B17 sinterizada a 1250 °C também foi escolhida para análise de sua composição mineralógica. Conforme a Figura 74, as fases cristalinas mais relevantes desta amostra são a cristobalita, a mulita e o quartzo. Com base na literatura, é possível sugerir que a preservação de alguns picos dos minerais de quartzo possui uma forte correlação com a viscosidade da massa líquida de B17 (Souza, 2019). Ao que tudo indica, a amostra em questão foi capaz de gerar um material fundido com viscosidade adequada para o aprisionamento de gases. Tal proposição ganha força ao se analisar os resultados de *BI* a 1100 e 1150 °C (Tabela 13).

A quantidade de massa fundida gerada em B17 também pode ser atribuída à fusão parcial da mulita, uma vez que a insuficiência de óxidos fundentes não comprometeu a formação de material fundido (Loutou; Hajjaji, 2017). Provavelmente, a geração de mulita em B17 está relacionada com as reações que provocaram a diminuição dos picos de quartzo em tal amostra (Ren *et al.*, 2020). Segundo Piszcz-Karás *et al.* (2019), a formação de mulita é fundamental para a produção de agregados leves com uma estrutura mecanicamente durável.

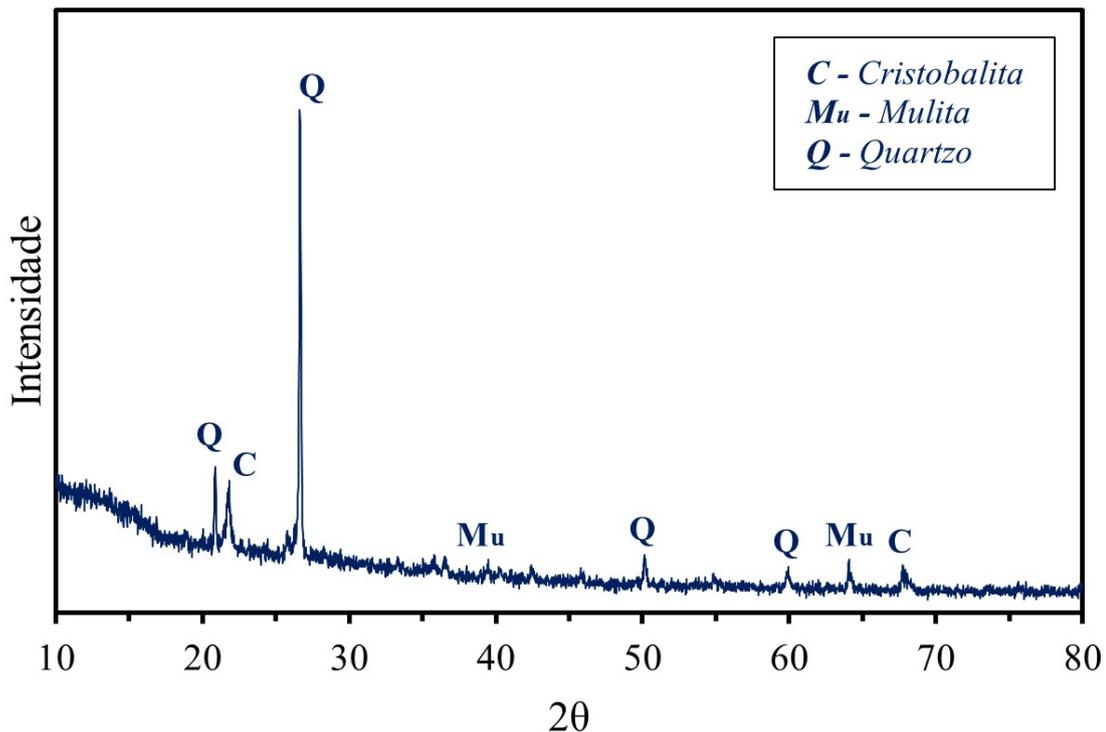


Figura 74 - Padrão de difração de DRX da amostra B17 a 1250 °C.

5.2.7.2 Amostras Ternárias

Os critérios adotados na escolha da formulação ternária submetida à análise por difração de raios-x resultaram na seleção da amostra T5 a 1250 °C (Figura 75). O espécime em questão foi selecionado com base nos dados de inchamento relativo, debatidos anteriormente (Figura 51). A mineralogia de T5 é caracterizada pela presença de cordierita, magnetita, mulita e quartzo. Os dados encontrados possuem certa semelhança com os resultados apresentados em estudos anteriores (Shuguang *et al.*, 2010), (Chen *et al.*, 2021), (Roufael *et al.*, 2021).

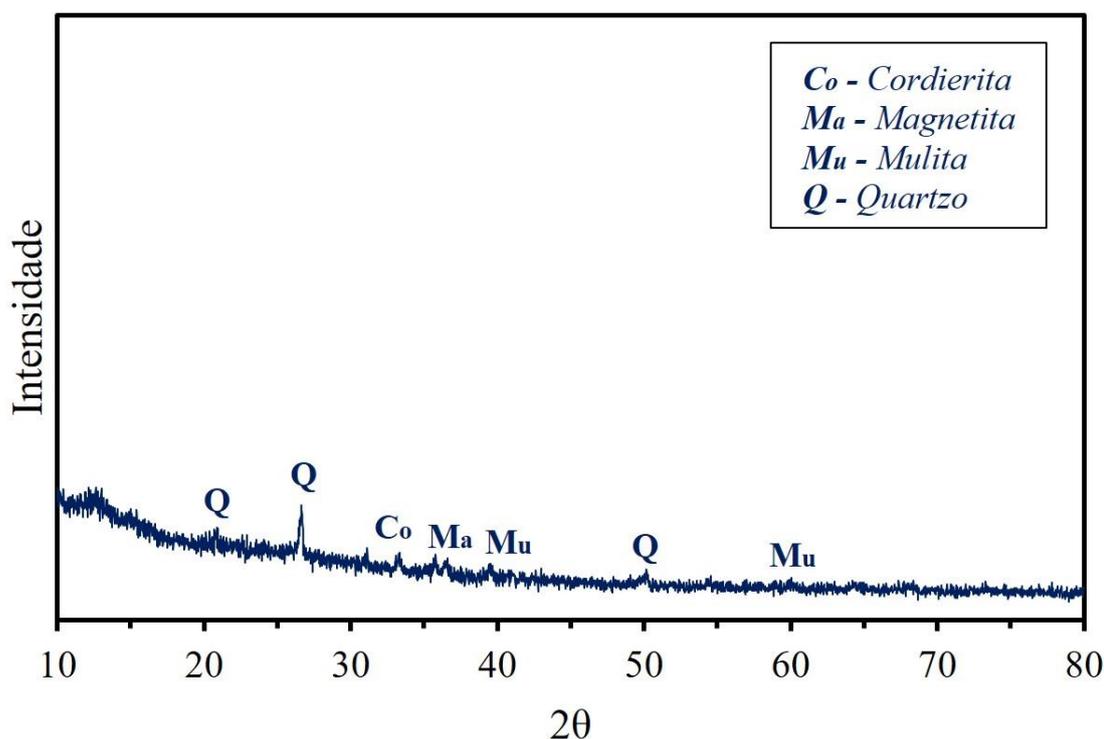


Figura 75 - Padrão de difração de DRX da amostra T5 a 1250 °C.

Conforme relatado anteriormente, o MgO presente na argila vermelha favorece a elevação da porosidade e a redução no teor de mulita, contribuindo para a diminuição da resistência mecânica (Shuguang *et al.*, 2010). Isto é coerente com a diminuição gradativa da resistência ao esmagamento de T5 durante a sinterização entre 1150 e 1250 °C (Tabela 22). Entretanto, os valores de *S* encontrados em T5 a 1250 °C ainda são relativamente altos. Dessa forma, os teores remanescentes de mulita podem ser apontados como um dos principais responsáveis por esta significativa resistência da amostra.

A formação de cordierita também foi observada. De acordo com Shuguang *et al.* (2010), a geração de cordierita é normalmente acompanhada da diminuição dos picos de mulita e na formação de LWAs com elevada resistência ao choque térmico, resultando em

grânulos sem rachaduras em sua camada superficial. Isto corrobora com o índice de absorção de água de apenas 1,1%, notado em T5 a 1250 °C (Tabela 20). Além disso, o pico de magnetita encontrado robustece a tese de que houve a liberação de gases durante a formação de uma fase líquida com viscosidade ideal para o inchaço (Riley, 1951).

5.2.8 Análise térmica

5.2.8.1 Amostra Binária

A Figura 76 apresenta o comportamento térmico da formulação B5 a partir da elevação de temperatura. A amostra em questão sofreu significativas perdas de massa entre 15 e 600 °C. Estas perdas de massa tendem a estar relacionadas à evaporação da água absorvida, à modificação de quartzo α em quartzo β e à desidroxilação de argilominerais, e podem ser responsáveis pela geração de gases. Contudo, não contribuíram de forma significativa para o inchaço apresentado por B5, uma vez que a formação de uma fase líquida com viscosidade adequada para encapsulamento dos gases ocorre em faixas de temperaturas bem mais elevadas. Em temperaturas superiores a 600 °C, nota-se uma suave redução do peso de B5 até 1200 °C, resultando em uma taxa de perda de massa total de aproximadamente 5,07%. O fato em questão reforça a tese proposta por Moreno-Maroto *et al.* (2020) de que baixos índices de perda de massa podem causar liberação de gases propícios ao inchaço, quando ocorridos em temperaturas mais elevadas.

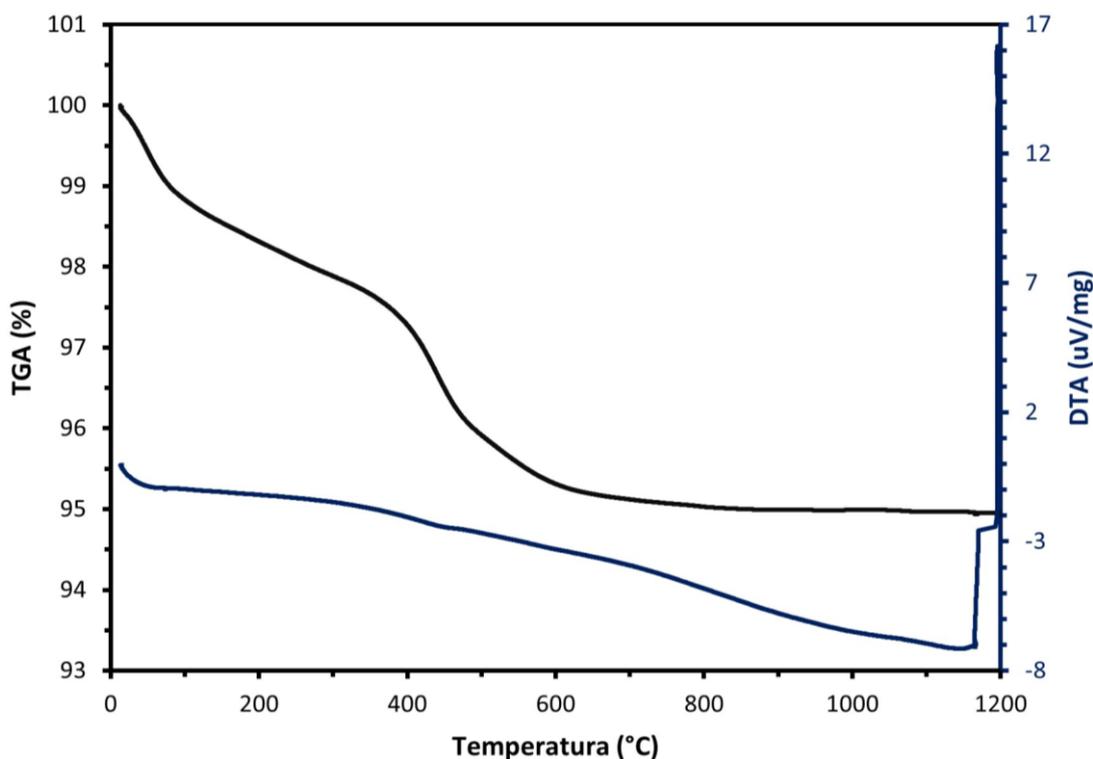


Figura 76 - Análise térmica simultânea (STA) da amostra B5.

5.2.8.2 Amostra Ternária

De acordo com a Figura 77, a mistura T5 apresentou uma perda de massa total de aproximadamente 4,72%. Uma parte significativa da perda de massa desta amostra ocorre entre as temperaturas de 375 e 750 °C. De forma análoga à B5, isto tende a estar relacionado à modificação de quartzo α em quartzo β e à desidroxilação de argilominerais. Por outro lado, em temperaturas superiores a 1000 °C, nota-se uma nova tendência de perda de massa. Com base nos achados de Soltan *et al.* (2016), é possível pressupor que tal degradação térmica seja oriunda da transformação térmica da biotita em magnetita e resultou em forte liberação de gases. Isto é coerente com os dados de DRX (Figura 75) e com o índice de inchamento relativo (Figura 51), apresentados pelo espécime em questão.

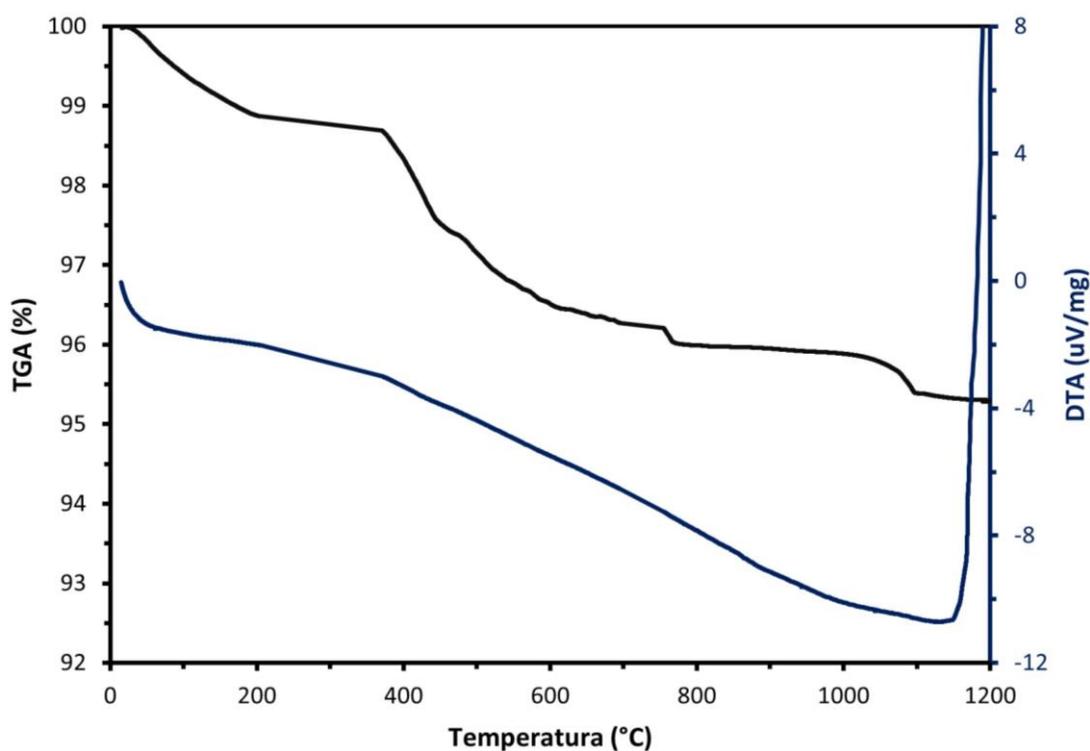


Figura 77 - Análise térmica simultânea (STA) da amostra T5.

5.2.9 Microestrutura

5.2.9.1 Amostras Binárias

As microestruturas obtidas na formulação B5 após sinterização a 1150, 1200 e 1250 °C são apresentadas a seguir por meio da Figura 78. De acordo com a Figura 78a, é possível perceber que a 1150 °C a amostra em questão apresenta uma matriz fortemente densificada. Isto é coerente com os altos índices de contração (Tabela 13) e densidade de partículas (Tabela 15), identificados em B5 a 1150 °C, e pode ser atribuído ao elevado teor de óxidos fundentes encontrados em RCW e RC. Segundo Gao *et al.* (2023), o excesso de materiais

fundentes aliado à aplicação de elevadas temperaturas de calcinação também potencializam a formação de uma superfície vitrificada. De fato, os baixos índices de absorção de água notados em B5 a 1150 °C (Tabela 19) corroboram com tal afirmação.

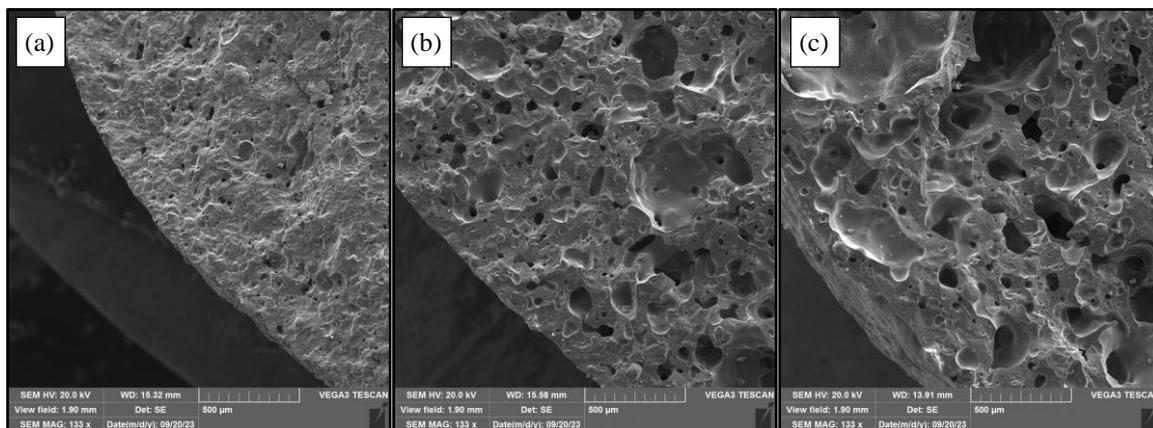


Figura 78 - Microestruturas observadas em B5 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.

Conforme as Figuras 78b e 78c, quando a temperatura de queima foi aumentada para 1200 e 1250 °C, houve uma formação progressiva de poros grandes de formato irregular. Aparentemente, a elevação de temperatura de queima favoreceu a liberação de gases e resultou no crescimento e na coalescência de bolhas. Isto respalda os valores significativos de índice de inchaço encontrados em B5 a 1200 e 1250 °C. De modo geral, o comportamento de B5 é bem semelhante ao identificado em alguns LWAs fabricados por Gao *et al.* (2023).

Por sua vez, as imagens das microestruturas observadas na amostra B7 são exibidas na Figura 79. De modo geral, B7 apresentou um comportamento semelhante a B5 a partir da elevação de temperatura. Conforme a Figura 79a, quando B7 é queimado a 1150 °C, nota-se a formação de matriz densa e pouco rugosa, composta por alguns pequenos poros esféricos e isolados. Tais características suportam os resultados de alta densidade de partículas (Tabela 15) e baixa absorção de água (Tabela 19), identificados nesta amostra.

Conforme as Figuras 79b e 79c, pode-se observar que a matriz de B7 apresentou, de forma progressiva, uma maior fusão entre as partículas e um aumento no tamanho e na quantidade de poros fechados, a partir da elevação da temperatura. Tal comportamento pode ser mais bem compreendido ao se verificar que, conforme a Tabela 17, a porosidade fechada de B7 passou de 4,6% para 27,9% e depois para 33,1%, com o aumento da temperatura de sinterização de 1150 para 1200 e 1250 °C, respectivamente. Em outras palavras, em temperaturas de sinterização mais elevadas, a fase líquida formada encapsulou os gases liberados, favorecendo a formação e o crescimento dos poros.

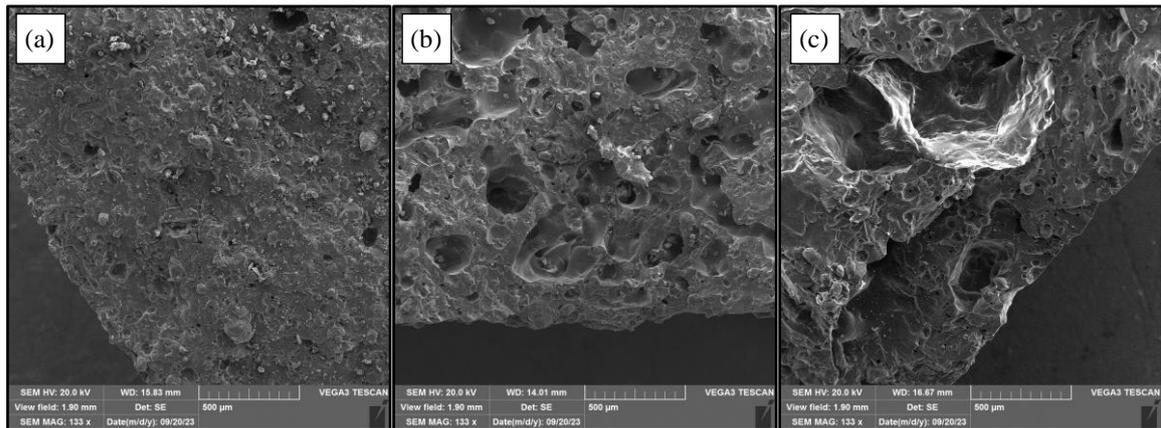


Figura 79 - Microestruturas observadas em B7 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.

Por fim, a Figura 80 apresenta a morfologia interna da amostra B17. Conforme as Figuras 80a e 80b, as microestruturas das superfícies de fratura de B17 a 1150 e 1200 °C ainda preservam parte dos grandes grãos identificados em DW. De modo geral, nota-se que a formação de fase líquida auxiliou no recobrimento destas partículas. No entanto, a baixa quantidade de material fundido favoreceu a obtenção de uma maior taxa de absorção de água, principalmente nas faixas de temperatura mais baixas. A título de exemplo, a WA_{24H} encontrada em B17 a 1100 °C foi de aproximadamente 22,7%.

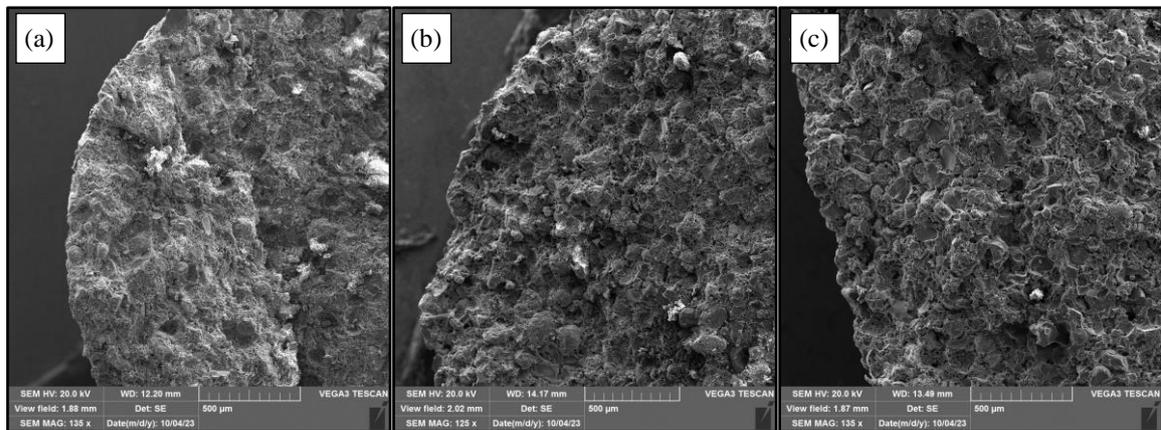


Figura 80 - Microestruturas observadas em B17 (135x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.

Com a elevação de temperatura para 1250 °C, percebe-se uma maior fusão dos grãos de DW. Nesta etapa, o material fundido torna a estrutura de B17 relativamente mais densa. Diferentemente das demais amostras, a elevação da temperatura em B17 não foi acompanhada de um aumento significativo no número de poros grandes. Além disso, houve uma redução gradual da porosidade aberta. Como resultado, a amostra em questão

apresentou, de forma progressiva: contração (Tabela 13), densificação (Tabela 15) e redução nos índices de absorção de água (Tabela 19).

5.2.9.2 Amostra Ternária

A Figura 81 exibe as imagens obtidas durante a realização da microscopia eletrônica de varredura da amostra T5 a 1150, 1200 e 1250 °C. Conforme a Figura 81a, a microestrutura da formulação T5 após sinterização a 1150 °C apresenta uma matriz fortemente densificada. Cabe ressaltar que alguns dos grandes grãos identificados em DW foram aparentemente preservados, no entanto, a formação de fase líquida nesta faixa de temperatura ocorreu de forma suficientemente adequada para preencher os espaços entre estes grãos e recobrir sua superfície. Isto corrobora com a baixa WA_{24H} (Tabela 20) e com a alta S (Tabela 22), notadas em T5 a 1150 °C. Dessa forma, a utilização de T5 nesta faixa de temperatura demonstra-se adequada para fabricação de agregados de baixa absorção de água e alta resistência mecânica.

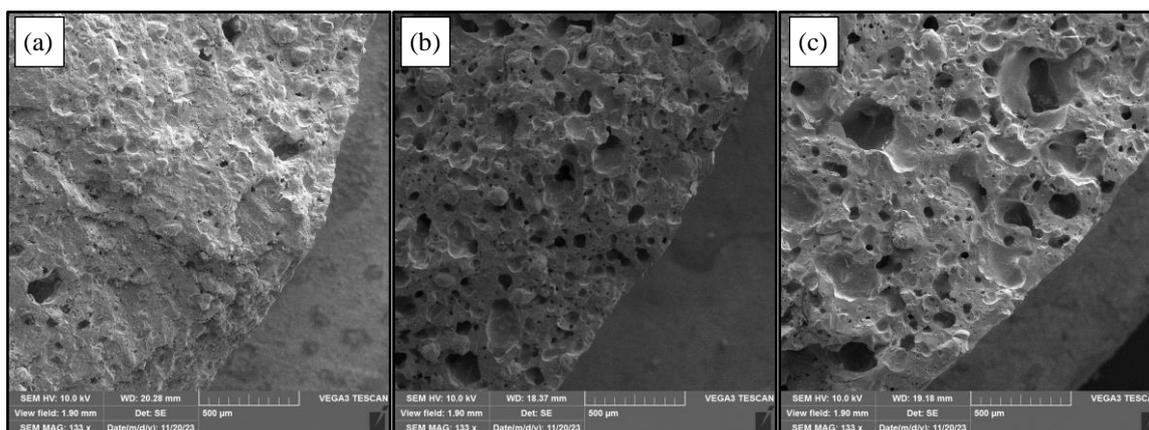


Figura 81 - Microestruturas observadas em T5 (133x): (a) a 1150 °C, (b) a 1200 °C e (c) a 1250 °C.

Conforme as Figuras 81b e 81c, após a elevação da temperatura de sinterização para 1200 e 1250 °C, pode ser vista a formação de uma matriz altamente porosa e de uma casca significativamente densa. Isto pode ser atribuído à geração de gases oriundos da decomposição térmica identificada em T5 (Figura 77), aliada ao amolecimento da fase viscosa, durante a elevação de temperatura (Riley, 1951). Além disso, o fato em questão reforça a tese de que a formulação T5 sofreu um significativo inchaço relativo. Estes resultados também confirmam que aplicação de temperaturas mais elevadas em T5, promovem a diminuição da densidade e a elevação da porosidade fechada, colaborando para confecção de LWAs com baixa densidade e absorção de água (Tabelas 16 e 20) e adequada resistência mecânica (Tabela 22), propriedades desejáveis aos agregados leves.

Com base na Figura 82, é possível perceber que 50 dos 80 espécimes binários elaborados demonstraram adequação para utilização em uma ou mais das categorias listadas. Neste agrupamento, a única formulação que não apresentou possibilidade de aplicação comercial foi a amostra B14, elaborada exclusivamente com resíduo de diatomita. Além disso, os espécimes B7, B8, B18 e B19 sinterizados a 1100 °C e B18 queimado a 1150 °C apresentaram potencial para utilização simultânea em todas as aplicações catalogadas. Destas, é importante destacar os resultados obtidos nas formulações B7 e B8, uma vez que tais amostras foram elaboradas exclusivamente com resíduos.

Segundo a Figura 82, 29 exemplares foram classificados nas categorias “E” ou “H”, apresentando baixa absorção de água e alta resistência ao esmagamento, características normalmente exigidas a agregados leves empregados em concretos de alta resistência (Souza *et al.*, 2020). A título de exemplo, todos os espécimes citados apresentaram resistência ao esmagamento superior aos valores encontrados por Franus *et al.* (2019) nos LWAs comerciais Arlita e LECA Gniew. Além disso, diversas amostras elaboradas com 100% de resíduos demonstraram-se adequadas para utilização em concreto de alta resistência. Destas, pode-se destacar a formulação B8, por obter tal adequação em 3 das 4 temperaturas de sinterização adotadas neste estudo.

Agregados utilizados em concreto leve estrutural normalmente apresentam baixos índices de absorção de água e valores moderados para resistência ao esmagamento (Souza, 2019). Nesse contexto, 40 exemplares elaborados exibiram WA_{24H} inferior a 20% e S superior a 2,30 MPa, assemelhando-se assim ao principal agregado leve comercial brasileiro (CINEXPAN, 2019). Os resultados encontrados também são animadores sob a ótica da sustentabilidade, uma vez que quase todas as formulações elaboradas exclusivamente com resíduos demonstraram aptidão para aplicação em questão, em pelo menos uma das temperaturas de sinterização adotadas.

Os agregados leves utilizados em concretos leves não estruturais e argamassas leves não exigem baixos índices de absorção de água, tampouco altos índices de resistência ao esmagamento. Dessa forma, 46 exemplares deste agrupamento demonstraram-se adequados para a aplicação em questão. A amostra B16 queimada a 1200 °C, por exemplo, apresentou índices de absorção de água e resistência ao esmagamento de 2,19 e 19,3%, respectivamente. Estes valores são aparentemente melhores dos que os apresentados por Franus *et al.* (2019) para um LWA comercial fabricado na Espanha.

De acordo com a Figura 82, 19 dos 80 espécimes elaborados foram classificados nas categorias “C”, “D” ou “E”, podendo, por exemplo, ser utilizados em aplicações geotécnicas.

De acordo com González-Corrochano *et al.* (2009), LWAs adequados para tal aplicação frequentemente exibem alta absorção de água e baixa resistência ao esmagamento. Este conjunto de amostras apresentou índices de WA_{24H} e S variando de 10,6 a 25,1% e 1,91 a 9,56 MPa, respectivamente. Cabe ressaltar que os resultados de resistência ao esmagamento são, na maioria dos casos, superiores aos apresentados por alguns LWAs comerciais (Franus *et al.*, 2019).

A partir da Figura 82, também é possível perceber que 23 exemplares binários demonstraram potencial para aplicação em jardinagem, paisagismo, isolamento térmico e acústico. Tais amostras apresentaram resistência ao esmagamento de no mínimo 1,00 MPa e índices de absorção de água variando de 10 a 38%. A título de exemplo, a amostra B15, quando sinterizada a 1150 °C, exibiu uma WA_{24H} de 28,6% e uma S de 1,16 MPa. Do ponto de vista da sustentabilidade, tal resultado pode ser considerado expressivo, pois o LWA em questão é composto por 90% de DW e apenas 10% de RC.

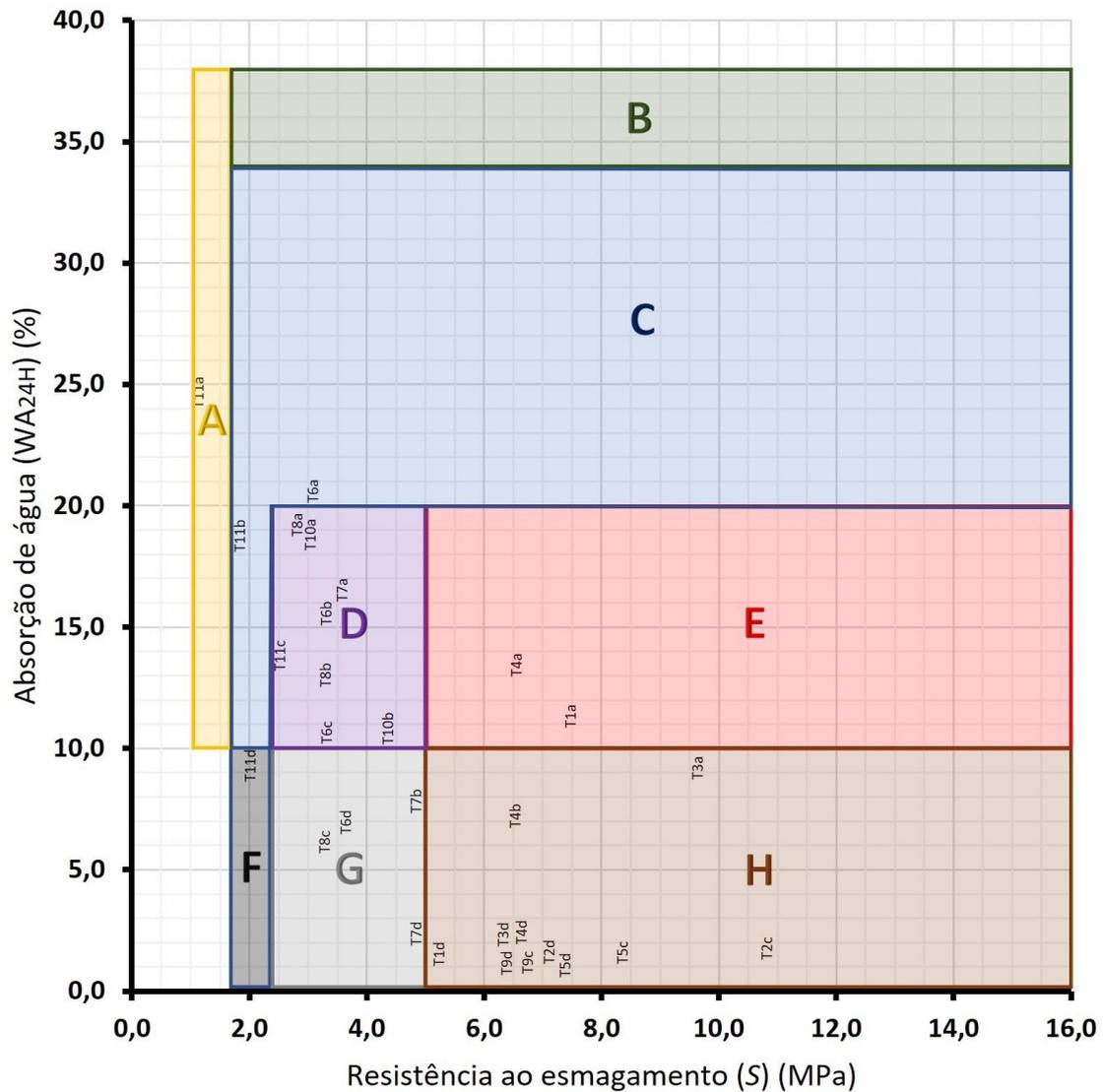
Os dados encontrados na Figura 82 também permitem analisar a influência da metodologia de queima adotada sobre a adequação comercial das amostras produzidas. De modo geral, a sinterização das amostras binárias em temperaturas de 1200 e 1250 °C favoreceu a produção de amostras adequadas para utilização em concretos de alta resistência, concretos leves estruturais e não estruturais e em argamassas leves. Por outro lado, a queima das formulações binárias em temperaturas de 1100 e 1150 °C demonstrou-se mais adequada para fabricação de agregados leves utilizados em aplicações geotécnicas, jardinagem, paisagismo, isolamento térmico e acústico. Isto é coerente com os resultados da influência da temperatura sobre a WA_{24H} e a S das amostras (Figuras 67 e 71).

5.3.2 Amostras Ternárias

A Figura 83 apresenta os resultados das análises de potencialidades comerciais das misturas ternárias. Ao todo, 28 das 44 amostras produzidas apresentaram potencialidade para uma futura aplicação comercial. Além disso, todas as formulações elaboradas apresentaram no mínimo uma possibilidade de aplicação comercial, em pelo menos uma das temperaturas de sinterização adotadas. Também é importante destacar que as amostras T1 e T4, quando sinterizadas a 1100 °C, apresentaram índices de densidade de partículas, absorção de água e resistência ao esmagamento adequados para todas as aplicações comerciais citadas no presente trabalho.

De acordo com a Figura 83, 12 dos 44 exemplares ternários demonstraram potencial para o desenvolvimento de concretos de alta resistência. Neste conjunto, amostras com

frações significativas de RCW e DW apresentaram índices de absorção de água inferiores a 20% e resistência ao esmagamento superior a 5,0 MPa. Por exemplo, a formulação T9, elaborada com 71,0% de RCW, 18,0% de RC e 11,0% de DW, quando sinterizada a 1200 e 1250 °C, demonstrou propriedades superiores ao produto comercialmente disponível no Brasil (CINEXPAN, 2019). Estes resultados reforçam a tese de que a adição de RCW pode gerar uma melhoria real em algumas das principais propriedades dos LWAs.



APLICAÇÕES	A	B	C	D	E	F	G	H
Concreto de alta resistência					X			X
Concreto leve estrutural				X	X		X	X
Concreto leve não estrutural, Argamassas leves			X	X	X	X	X	X
Aplicações geotécnicas		X	X	X	X			
Jardinagem e paisagismo, Isolamento térmico e acústico	X	X	X	X	X			

Figura 83 - Potencialidades comerciais das formulações Ternárias.

A calcinação das 11 misturas ternárias em quatro temperaturas distintas resultou na fabricação de 24 espécimes com propriedades adequadas para o uso em concretos leves estruturais (Figura 83). Destes, a mistura T10 apresenta o resultado mais expressivo quanto ao reaproveitamento de resíduos. A formulação em questão apresentou valores de WA_{24H} e S iguais a 18,8 e 10,8%, e 2,98 e 4,35 MPa, quando sinterizada a 1100 e 1150 °C, respectivamente. Cabe ressaltar que T10 possui 29,0% de RCW, 15,0% de RC e 56,0% de DW em sua composição. Tal resultado também denota certo potencial de DW para a fabricação de LWAs.

De acordo com a Figura 83, 27 exemplares ternários apresentaram características promissoras para utilização em misturas de argamassas leves e concretos leves não estruturais. Estas amostras apresentaram resultados de absorção de água e resistência ao esmagamento variando de 0,8 a 20,6% e de 1,83 a 9,63 MPa, respectivamente. Em muitos casos, uma grande vantagem destas amostras, em comparação com LWAs comerciais, é a relevante resistência ao esmagamento (Franus *et al.*, 2019). Além disso, os resultados reforçam que RCW e/ou DW podem ser valorizados na produção de agregados leves.

Com base nos parâmetros de categorização adotados e a partir de uma comparação com as características de alguns agregados leves comerciais apresentados no trabalho de Franus *et al.* (2019), é possível sugerir que 12 espécimes ternários apresentaram propriedades adequadas para o uso em aplicações geotécnicas, configurando-se uma alternativa viável para este tipo de serviço. A título de exemplo, a amostra T11, elaborada com 18,0% de RCW, 10,0% de RC e 72,0% de DW atendeu tal exigência, quando sinterizada a 1150 e 1200 °C.

Conforme a Figura 83, 13 espécimes ternários também exibiram potencial para produção de agregados leves utilizados em jardinagem, paisagismo, isolamento térmico e acústico. De modo geral, os principais resultados foram identificados nas amostras com maior teor de resíduo de diatomita. Isto corrobora com a tendência de aumento nos índices de WA_{24H} notado a partir do acréscimo nas quantidades de DW presente nas misturas (Figura 66). A amostra T11 quando sinterizada a 1100 °C, por exemplo, apresentou absorção de água de 25,1% e resistência ao esmagamento de 1,04 MPa, resultando em um material adequado apenas para a última categoria de aplicações listadas por Souza (2019).

Por fim, os dados da Figura 83 confirmam que a temperatura de sinterização adotada afetou de forma significativa as características físicas e mecânicas dos exemplares produzidos. De forma análoga aos resultados das amostras binárias, a calcinação das formulações ternárias em temperaturas de 1100 e 1150 °C contribuiu para obtenção de

LWAs adequados para aplicações em geotecnia, jardinagem, paisagismo, isolamento térmico e acústico. Da mesma maneira, a sinterização em temperaturas de 1200 e 1250 °C potencializou o alcance de LWAs com propriedades adequadas para utilização em concretos de alta resistência, concretos leves estruturais e não estruturais e em argamassas leves.

6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

6.1 Conclusões

De modo geral, os resultados obtidos neste trabalho demonstram que é tecnicamente possível produzir agregados leves a partir da substituição de argila por resíduo da cerâmica vermelha e/ou por resíduo de diatomita. Em muitos casos, a utilização isolada ou conjunta destes resíduos resultou em LWAs com propriedades absolutamente encorajadoras dos pontos de vista técnico, comercial e sustentável. A partir dos dados experimentais, também é possível tirar as seguintes conclusões específicas:

Agregados leves com ótimas propriedades físicas e mecânicas podem ser elaborados a partir de formulações que contenham até 100% de RCW em sua composição. Em amostras com altos teores de RCW, as características físicas e mecânicas destes LWAs demonstraram-se mais adequadas para aplicações comerciais durante a sinterização em temperaturas de 1200 e 1250 °C. No LWA elaborado exclusivamente com RCW, quando sinterizado a 1250 °C, a densidade de partículas, a absorção de água e a resistência ao esmagamento foram de 1,42 g/cm³, 1,7% e 2,64 MPa, respectivamente. Isto possibilitou que tal LWA fosse recomendado para uso em argamassas leves e concretos leves estruturais e não estruturais.

Por outro lado, os limites recomendados para adição de DW nas misturas são menores ou iguais a 90%. Nas amostras mais ricas em resíduo de diatomita o efeito de DW nas características físicas e mecânicas dos LWAs é mais significativo do que a influência oriunda da metodologia de queima adotada. Independentemente da temperatura de sinterização aplicada, todas as amostras desenvolvidas com 100% de DW apresentaram resistência ao esmagamento inferior a 1,0 MPa, impedindo que estes espécimes fossem recomendados para alguma aplicação comercial.

Em temperaturas de 1250 °C, a adição de RCW, normalmente, resultou em predisposição ao inchaço dos LWAs. Em muitos casos, o uso de teores mais elevados de RCW provocou o aumento da porosidade fechada e a redução da densidade das partículas. Nesta faixa de temperatura, um aumento dos teores de RCW de 50 para 100%, em substituição à argila, resultou em uma elevação de quase 18% em P_c e em uma redução de aproximadamente 13% em ρ_d . Dessa forma, o RCW, quando sinterizado em altas temperaturas, demonstra-se eficaz para redução da ρ_d dos agregados leves, tornando-se atrativo para aplicações que requerem LWAs com menor densidade.

A adição de DW também influenciou as propriedades dos LWAs de forma significativa. Descobriu-se que a alta porosidade do resíduo de diatomita afeta a densidade de partículas dos LWAs. Normalmente, a substituição parcial de RC por DW resultou em

uma redução gradual de ρ_d . Por outro lado, a adição de DW também resultou em elevação da porosidade aberta, afetando negativamente a resistência e a absorção de água das amostras. A 1250 °C, quando o teor de DW foi aumentado de 50 para 100%, a densidade de partículas diminuiu em quase 35%. No entanto, a S foi reduzida em quase 95%, enquanto a WA_{24H} foi aumentada em mais de 1200%.

As misturas de LWAs que contêm RC apresentam maior perda de massa e boas propriedades físicas e mecânicas. O uso de argila como material suplementar colaborou para o melhoramento do índice de inchaço. Ao que tudo indica, RC exerce uma forte interferência sobre a formação de fase líquida e a liberação de gases, devido a sua composição mineralógica. Além disso, as misturas que continham RC apresentaram uma forte sinergia com os demais resíduos aplicados neste estudo, especialmente com o RCW.

Os protocolos de Riley (1951) e de Cougny (1990), comumente utilizados para análise do potencial de inchaço de LWAs, demonstraram-se inadequados para agregados leves fabricados com os resíduos utilizados neste estudo. Em muitos casos, os espécimes elaborados cumpriram as condições necessárias para alcançar o inchaço, mesmo apresentando características físicas e químicas consideradas inadequadas por tais teorias.

A composição mineralógica de RCW e RC exerceu uma forte influência sobre o fenômeno de inchaço. A ausência dos picos de biotita, ilita e muscovita, presentes nestes materiais de partida, aliada à formação de magnetita e mulita e às transformações térmicas de hematita em magnetita, resultaram em forte liberação de gases. Além disso, a mineralogia de RCW e RC também atuou como substituto da matriz aluminossilicato, suprimindo a deficiência química identificada no protocolo de Riley (1951).

As análises físicas e mecânicas realizadas nas amostras revelaram resultados encorajadores. Em muitos casos, os LWAs fabricados apresentaram propriedades físico-mecânicas superiores aos valores exigidos por padrões nacionais, internacionais e aos resultados encontrados em LWAs comerciais. Ao todo, 78 dos 124 espécimes fabricados apresentaram índices de densidade de partículas, resistência ao esmagamento e absorção de água dentro dos critérios exigidos para utilização de LWAs em aplicações comerciais.

A análise comparativa dos resultados obtidos com os dados de produtos existentes no mercado demonstra a qualidade das amostras elaboradas e a sua viabilidade técnica para uso nas principais aplicações comerciais dos LWAs. Das 124 amostras fabricadas: (a) 32,3% demonstraram-se adequadas para utilização em concreto de alta resistência, (b) 50,0% apresentaram aptidão para uso em concreto leve estrutural, (c) 57,3% revelaram-se apropriadas para concretos leves não estruturais e argamassas leves, (d) 24,2%

demonstraram potencial para aplicações geotécnicas e (e) 29,8% revelaram-se oportunas para uso em jardinagem, paisagismo, isolamento térmico e acústico. Além disso, duas formulações elaboradas exclusivamente com resíduos apresentaram potencial para utilização simultânea em todas as aplicações citadas.

Os resultados deste estudo também demonstram a importância de considerar o inchaço relativo ao avaliar a metodologia de sinterização e o potencial de inchaço dos LWAs. Embora útil, a análise do coeficiente de inchamento pode não ser suficiente para capturar a complexidade dos processos microestruturais que ocorrem durante a queima. A análise de *BI* relativo fornece informações mais detalhadas sobre os mecanismos de inchamento e ajuda a otimizar os processos de fabricação.

A presente pesquisa demonstrou a potencialidade do uso do resíduo da cerâmica vermelha e do resíduo de diatomita em LWAs. Se aplicados na produção de agregados leves, as quantidades de RCW e DW disponíveis passam a ser reduzidas e obtêm valor de mercado. Dessa forma, os resultados deste estudo exibem LWAs com propriedades tecnológicas que brevemente poderão ser indispensáveis em planos de sustentabilidade na indústria da construção civil e na preservação do meio ambiente.

6.2 Recomendações

As análises realizadas neste trabalho apontaram a potencialidade do uso do resíduo da cerâmica vermelha e do resíduo de diatomita em LWAs. No entanto, investigações mais aprofundadas sobre temas mais específicos podem ser realizadas. Por isso, são apresentadas algumas recomendações de trabalhos futuros a partir de lacunas identificadas durante as investigações realizadas no presente projeto.

Os protocolos comumente utilizados para análise do potencial de expansão de agregados leves demonstraram-se inadequados quando aplicados em LWAs fabricados com resíduo da cerâmica vermelha e com o resíduo de diatomita. Dessa forma, investigações futuras podem produzir LWAs elaborados com estes resíduos, avaliar o comportamento de expansão e assim propor a criação de um novo protocolo de inchaço.

Recomenda-se a execução de pesquisas sobre as concentrações de metais pesados em agregados leves produzidos com resíduo da cerâmica vermelha e resíduo de diatomita. Além disso, tais investigações futuras são necessárias para avaliar se os níveis encontrados estão de acordo com as normas e recomendações ambientais.

Apesar do alto grau de contração apresentado, nenhuma das misturas elaboradas derreteu durante a sinterização. Dessa forma, a elevação na faixa de temperatura adotada poderia reduzir progressivamente a viscosidade destas amostras, resultando em expansão. Assim, estudos futuros também podem ser realizados para investigar a aplicação de temperaturas de calcinação mais elevadas e assim delimitar uma faixa de temperatura ideal para as formulações não expansíveis.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACCHAR, Wilson. Estrutura e propriedades de materiais cerâmicos. **Natal/RN, EDUFRRN- Editora da UFRN–1ª edição**, 2010.
- ACURIO, Karen et al. Thermal performance enhancement of organic phase change materials using spent diatomite from the palm oil bleaching process as support. **Construction and Building Materials**, v. 192, p. 633-642, 2018.
- AHMADI, Zahra et al. Properties of sustainable cement mortars containing high volume of raw diatomite. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 16, p. 47-53, 2018.
- AMERI, Farshad et al. Geopolymers vs. alkali-activated materials (AAMs): A comparative study on durability, microstructure, and resistance to elevated temperatures of lightweight mortars. **Construction and Building Materials**, v. 222, p. 49-63, 2019.
- AMERI, Farshad; ZAREEI, Seyed Alireza; BEHFOROUIZ, Babak. Zero-cement vs. cementitious mortars: An experimental comparative study on engineering and environmental properties. **Journal of Building Engineering**, v. 32, p. 101620, 2020.
- ARRIAGADA, Cristina; NAVARRETE, Ivan; LOPEZ, Mauricio. Understanding the effect of porosity on the mechanical and thermal performance of glass foam lightweight aggregates and the influence of production factors. **Construction and Building Materials**, v. 228, p. 116746, 2019.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 35: **Agregados leves para concreto estrutural - Especificações**. Rio de Janeiro, 1995.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 7211: Agregados para concreto-especificação**. ABNT, 2009.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 9935: **Agregados – Terminologia**. Rio de Janeiro, 2011.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16917: **Agregado graúdo — Determinação da densidade e da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2021.
- AWOYERA, P. O. et al. Microstructural characteristics, porosity and strength development in ceramic-laterized concrete. **Cement and Concrete Composites**, v. 86, p. 224-237, 2018.
- AYATI, Bamdad et al. Use of clay in the manufacture of lightweight aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 162, p. 124-131, 2018.
- BALAPOUR, Mohammad et al. A thermodynamics-guided framework to design lightweight aggregate from waste coal combustion fly ash. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 178, p. 106050, 2022.
- BERNHARDT, Markus et al. Mechanical properties of lightweight aggregates. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, n. 13-14, p. 2731-2743, 2013.

BERNHARDT, Markus et al. Fibre reinforced lightweight aggregates. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, n. 5, p. 1341-1351, 2014.

BERNHARDT, Markus et al. The effect of additives on the properties of lightweight aggregates produced from clay. **Cement and concrete composites**, v. 53, p. 233-238, 2014b.

BSI. BS EN 13055-1: Lightweight aggregates. Lightweight aggregates for concrete, mortar and grout. 2002.

CARRILLO-BELTRAN, Raul et al. New geopolymers from industrial by-products: Olive biomass fly ash and chamotte as raw materials. **Construction and Building Materials**, v. 272, p. 121924, 2021.

CARVALHO, Otacílio Oziel de; LEITE, José Yvan Pereira. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 43., 1999, Florianópolis. **Anais [...]** São Paulo: Abceram, 1999. p. 10201 - 10212.

CHANDRA, Satish; BERNTSSON, Leif. **Lightweight aggregate concrete**. Elsevier, 2002.

CHEESEMAN, C. R.; MAKINDE, A.; BETHANIS, S. Properties of lightweight aggregate produced by rapid sintering of incinerator bottom ash. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 43, n. 2, p. 147-162, 2005a.

CHEESEMAN, C. R.; VIRDI, G. S. Properties and microstructure of lightweight aggregate produced from sintered sewage sludge ash. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 45, n. 1, p. 18-30, 2005.

CHEN, Y. X. et al. Development of cement-free bio-based cold-bonded lightweight aggregates (BCBLWAs) using steel slag and miscanthus powder via CO₂ curing. **Journal of Cleaner Production**, v. 322, p. 129105, 2021.

CHIOU, Jia *et al.* Lightweight aggregate made from sewage sludge and incinerated ash. **Waste Management**, v. 26, n. 12, p. 1453-1461, 2006.

CHUANG, Kui-Hao et al. Reuse of bottom ash and fly ash from mechanical-bed and fluidized-bed municipal incinerators in manufacturing lightweight aggregates. **Ceramics International**, v. 44, n. 11, p. 12691-12696, 2018.

CHUNG, Sang-Yeop et al. Effect of different expanded aggregates on durability-related characteristics of lightweight aggregate concrete. **Materials Characterization**, v. 173, p. 110907, 2021.

CINEXPAN, Argila Expandida. **Ficha-tecnica-tipo-1506.pdf**. Disponível em: <<https://www.cinexpan.com.br/pdf/ficha-tecnica-tipo-1506.pdf>>. Acesso em: 15 jul. 2019.

COBO-CEACERO, Carlos Javier et al. Effect of the addition of organic wastes (cork powder, nut shell, coffee grounds and paper sludge) in clays to obtain expanded lightweight aggregates. **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, v. 62, n. 1, p. 88-105, 2023.

COSTA, Juliana Elionara Bezerra. Zeólitas hzsm-5 sintetizadas a partir de fontes alternativas de sílica e alumínio para desoxigenação dos produtos da pirólise da fibra de coco. 2017.

COSTA, R. F. et al. Drying of clay/diatomite hybrid ceramic plates: An experimental study. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 8, 2021.

COUGNY, G. Specifications for clayey raw materials used to produce expanded lightweight aggregates. **Bull. Int. Assoc. Eng. Geol.**, v. 41, n. 1, p. 47-55, 1990.

CRANGLE, Robert D. **Mineral commodity summaries 2024: Diatomite**. Disponível em: <https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2024/mcs2024-diatomite.pdf>. Acesso em: 27 dez. 2024.

DANG, Juntao et al. Properties of mortar with waste clay bricks as fine aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 166, p. 898-907, 2018.

DEGIRMENCI, Nurhayat; YILMAZ, Arin. Use of diatomite as partial replacement for Portland cement in cement mortars. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 1, p. 284-288, 2009.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM - DNER-ME 093: **Solos - determinação da densidade real**. Rio de Janeiro, 1994.

DONDI, M. et al. Lightweight aggregates from waste materials: Reappraisal of expansion behavior and prediction schemes for bloating. **Construction and Building Materials**, v. 127, p. 394-409, 2016.

DUCMAN, Vilma; MLADENVIČ, Ana; ŠUPUT, J. S. Lightweight aggregate based on waste glass and its alkali-silica reactivity. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 2, p. 223-226, 2002.

DUTRA, Ricardo Peixoto Suassuna *et al.* Avaliação da potencialidade de argilas do Rio Grande do Norte-Brasil. 2006.

FAN, Chen-Shiuan; HUANG, Chih-Yang; LI, Kung-Cheh. Bloating mechanism of the mixture of thin-film transistor liquid-crystal display waste glass and basic oxygen furnace slag. **Construction and Building Materials**, v. 66, p. 664-670, 2014.

FAKHFAKH, Emna et al. Effects of sand addition on production of lightweight aggregates from Tunisian smectite-rich clayey rocks. **Applied Clay Science**, v. 35, n. 3-4, p. 228-237, 2007.

FIALA, Lukáš et al. Application of ceramic waste in brick blocks with enhanced acoustic properties. **Journal of Cleaner Production**, v. 261, p. 121185, 2020.

FONT, A. et al. Use of residual diatomaceous earth as a silica source in geopolymer production. **Materials Letters**, v. 223, p. 10-13, 2018.

FRAGOULIS, D. et al. Characterization of lightweight aggregates produced with clayey diatomite rocks originating from Greece. **Materials Characterization**, v. 53, n. 2-4, p. 307-316, 2004.

FRANUS, Małgorzata et al. The properties of fly ash derived lightweight aggregates obtained using microwave radiation. **Construction and Building Materials**, v. 227, p. 116677, 2019.

GALÁN-ARBOLEDAS, R. J. et al. Evaluation of spent diatomite incorporation in clay based materials for lightweight bricks processing. **Construction and building materials**, v. 144, p. 327-337, 2017.

GAO, Wenbin et al. Efficient utilization of multi-source solid waste to prepare the novel core-shell structured lightweight aggregates and its immobilization for volatile heavy metals. **Journal of Building Engineering**, v. 71, p. 106549, 2023.

GERALDO, Rodrigo H. et al. Pressured recycled gypsum plaster and wastes: Characteristics of eco-friendly building components. **Construction and Building Materials**, v. 191, p. 136-144, 2018.

GONG, Xiaoxi et al. Biological regeneration of brewery spent diatomite and its reuse in basic dye and chromium (III) ions removal. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 128, p. 353-361, 2019.

GONZÁLEZ-CORROCHANO, B.; ALONSO-AZCÁRATE, J.; RODAS, M. Production of lightweight aggregates from mining and industrial wastes. **Journal of Environmental Management**, v. 90, n. 8, p. 2801-2812, 2009.

GONZÁLEZ-CORROCHANO, B. et al. Microstructure and mineralogy of lightweight aggregates manufactured from mining and industrial wastes. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 8, p. 3591-3602, 2011.

HAO, Liping et al. Preparation and characterization of porous ceramics with low-grade diatomite and oyster shell. **Materials Chemistry and Physics**, v. 235, p. 121741, 2019.

HASAN, Muttaqin; SAIDI, Taufiq; AFIFUDDIN, Mochammad. Mechanical properties and absorption of lightweight concrete using lightweight aggregate from diatomaceous earth. **Construction and Building Materials**, v. 277, p. 122324, 2021.

HUANG, Su-Chen et al. Production of lightweight aggregates from mining residues, heavy metal sludge, and incinerator fly ash. **Journal of hazardous materials**, v. 144, n. 1-2, p. 52-58, 2007.

HUANG, Chung-Ho; WANG, Shun-Yuan. Application of water treatment sludge in the manufacturing of lightweight aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 43, p. 174-183, 2013.

HWANG, Chao-Lung et al. Development of high-strength alkali-activated pastes containing high volumes of waste brick and ceramic powders. **Construction and Building Materials**, v. 218, p. 519-529, 2019a.

HWANG, Chao-Lung et al. Performance evaluation of alkali activated mortar containing high volume of waste brick powder blended with ground granulated blast furnace slag cured at ambient temperature. **Construction and Building Materials**, v. 223, p. 657-667, 2019b.

JERÔNIMO, Valdith Lopes; MEIRA, Gibson Rocha; DA SILVA FILHO, Luiz Carlos Pinto. Performance of self-compacting concretes with wastes from heavy ceramic industry against corrosion by chlorides. **Construction and Building Materials**, v. 169, p. 900-910, 2018.

JUAN-VALDES, Andres et al. Mechanical and microstructural properties of recycled concretes mixed with ceramic recycled cement and secondary recycled aggregates. A viable option for future concrete. **Construction and Building Materials**, v. 270, p. 121455, 2021.

KE, Y. et al. Influence of volume fraction and characteristics of lightweight aggregates on the mechanical properties of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 8, p. 2821-2828, 2009.

LASSEUGUETTE, E. et al. Chemical, microstructural and mechanical properties of ceramic waste blended cementitious systems. **Journal of Cleaner Production**, v. 211, p. 1228-1238, 2019.

LAU, P. C.; TEO, D. C. L.; MANNAN, M. A. Characteristics of lightweight aggregate produced from lime-treated sewage sludge and palm oil fuel ash. **Construction and Building Materials**, v. 152, p. 558-567, 2017.

LAU, P. C.; TEO, D. C. L.; MANNAN, M. A. Mechanical, durability and microstructure properties of lightweight concrete using aggregate made from lime-treated sewage sludge and palm oil fuel ash. **Construction and Building Materials**, v. 176, p. 24-34, 2018.

LEE, Kang Hoon et al. Manufacturing and application of artificial lightweight aggregate from water treatment sludge. **Journal of Cleaner Production**, v. 307, p. 127260, 2021.

LETELIER, Viviana et al. Assessment of the mechanical properties of a concrete made by reusing both: Brewery spent diatomite and recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 492-498, 2016.

LI, Yongdan et al. Measurement and statistics of single pellet mechanical strength of differently shaped catalysts. **Powder Technology**, v. 113, n. 1-2, p. 176-184, 2000.

LI, Bo et al. Effects of a two-step heating process on the properties of lightweight aggregate prepared with sewage sludge and saline clay. **Construction and Building Materials**, v. 114, p. 119-126, 2016.

LI, Shujun et al. Investigation of using recycled powder from the preparation of recycled aggregate as a supplementary cementitious material. **Construction and Building Materials**, v. 267, p. 120976, 2021.

LI, Baodong et al. Effect of sintering temperature on lightweight aggregates manufacturing from copper contaminated soil. **Ceramics International**, v. 47, n. 22, p. 31319-31328, 2021b.

LI, Xiaoqi et al. Reinforcing effects of gypsum composite with basalt fiber and diatomite for improvement of high-temperature endurance. **Construction and Building Materials**, v. 325, p. 126762, 2022a.

LI, Shijia et al. Fabrication and properties of diatomite ceramics with hierarchical pores based on direct stereolithography. **Ceramics International**, v. 48, n. 5, p. 6266-6276, 2022b.

LI, Baodong et al. Effects of chemical composition on lightweight aggregates produced from contaminated soil: Phase regulation, immobilization mechanism and leaching prediction. **Journal of Cleaner Production**, v. 417, p. 138041, 2023.

LIU, Mingwei; XU, Guoren; LI, Guibai. Effect of the ratio of components on the characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. **Process safety and environmental protection**, v. 105, p. 109-116, 2017.

LIU, Mingwei et al. Effect of SiO₂ and Al₂O₃ on characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. **Ceramics International**, v. 44, n. 4, p. 4313-4319, 2018a.

LIU, Mingwei et al. Effects of sintering temperature on the characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 748, p. 522-527, 2018b.

LIU, Yunpeng et al. Performance of glass-ceramic-based lightweight aggregates manufactured from waste glass and muck. **Ceramics International**, 2022.

LÓPEZ-GARCÍA, Ana B. et al. Eco-efficient transformation of mineral wool wastes into lightweight aggregates at low firing temperature and associated environmental assessment. **Construction and Building Materials**, v. 345, p. 128294, 2022.

LOUTOU, M.; HAJJAJI, M. Clayey wastes-based lightweight aggregates: Heating transformations and physical/mechanical properties. **Applied Clay Science**, v. 150, p. 56-62, 2017.

LYNN, Ciaran J. et al. Sewage sludge ash characteristics and potential for use in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 98, p. 767-779, 2015.

LYRA, Gabriela Pitolli et al. Reuse of sugarcane bagasse ash to produce a lightweight aggregate using microwave oven sintering. **Construction and Building Materials**, v. 222, p. 222-228, 2019.

MA, Zhiming et al. Mechanical properties and water absorption of cement composites with various fineness and contents of waste brick powder from C&D waste. **Cement and Concrete Composites**, v. 114, p. 103758, 2020.

MACEDO, Amanda Regina de Souza. Efeitos da diatomita em substituição parcial ao cimento portland nas propriedades de concretos convencionais. 2022.

MAN, Jianzong et al. Preparation of porous brick from diatomite and sugar filter mud at lower temperature. **Construction and Building Materials**, v. 156, p. 1035-1042, 2017.

MARTÍN, Domingo; APARICIO, Patricia; GALAN, Emilio. Accelerated carbonation of ceramic materials. Application to bricks from Andalusian factories (Spain). **Construction and Building Materials**, v. 181, p. 598-608, 2018b.

- MARTÍN, Domingo; APARICIO, Patricia; GALÁN, Emilio. Mineral carbonation of ceramic brick at low pressure and room temperature. A simulation study for a superficial CO₂ store using a common clay as sealing material. **Applied Clay Science**, v. 161, p. 119-126, 2018a.
- MEESAK, Thanawat; SUJJAVANICH, Suvimol. Effectiveness of 3 different supplementary cementitious materials in mitigating alkali silica reaction. **Materials Today: Proceedings**, v. 17, p. 1652-1657, 2019.
- MEI, Wen Ya; HUI, Teng Hong. Regeneration of the brewing spent diatomite. In: **Advanced Materials Research**. Trans Tech Publications Ltd, 2014. p. 1425-1428.
- MENDES, João Paulo et al. Synthesis and characterization of geopolymers using clay ceramic waste as source of aluminosilicate. **Sustainable Materials and Technologies**, v. 28, p. e00264, 2021.
- MOLINARI, Chiara et al. Bloating mechanism in lightweight aggregates: Effect of processing variables and properties of the vitreous phase. **Construction and Building Materials**, v. 261, p. 119980, 2020.
- MOLINEUX, Chloe J. et al. Bauxite residue (red mud) as a pulverised fuel ash substitute in the manufacture of lightweight aggregate. **Journal of Cleaner Production**, v. 112, p. 401-408, 2016.
- MORENO-MAROTO, José Manuel et al. Development of lightweight aggregates from stone cutting sludge, plastic wastes and sepiolite rejections for agricultural and environmental purposes. **Journal of Environmental Management**, v. 200, p. 229-242, 2017.
- MORENO-MAROTO, José Manuel et al. Unraveling the expansion mechanism in lightweight aggregates: Demonstrating that bloating barely requires gas. **Construction and Building Materials**, v. 247, p. 118583, 2020.
- MUN, K. J. Development and tests of lightweight aggregate using sewage sludge for nonstructural concrete. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 7, p. 1583-1588, 2007.
- NGUYEN, Hung Phong et al. Development and characterization of lightweight aggregate recycled from construction and demolition waste mixed with other industrial by-products. **Construction and Building Materials**, v. 313, p. 125472, 2021.
- PEI, Jiannan et al. Preparation and characterization of ultra-lightweight ceramsite using non-expanded clay and waste sawdust. **Construction and Building Materials**, v. 346, p. 128410, 2022.
- PISZCZ-KARAŚ, Katarzyna et al. Utilization of shale cuttings in production of lightweight aggregates. **Journal of environmental management**, v. 231, p. 232-240, 2019.
- PITARCH, A. M. et al. Pozzolanic activity of tiles, bricks and ceramic sanitary-ware in eco-friendly Portland blended cements. **Journal of Cleaner Production**, v. 279, p. 123713, 2021.

QUINA, Margarida J. et al. Prediction of solid waste incineration residues quantity for valorization in lightweight aggregates. In: **Materials science forum**. Trans Tech Publications Ltd, 2006. p. 1731-1735.

QUINA, Margarida J. et al. Compatibility analysis of municipal solid waste incineration residues and clay for producing lightweight aggregates. **Applied Clay Science**, v. 102, p. 71- 80, 2014.

RAY, Sourav et al. Use of Ceramic Wastes as Aggregates in Concrete Production: A Review. **Journal of Building Engineering**, p. 102567, 2021.

REIG, Lucía et al. Influence of calcium aluminate cement (CAC) on alkaline activation of red clay brick waste (RCBW). **Cement and Concrete Composites**, v. 65, p. 177-185, 2016.

REN, Yuhan et al. Preparation of glass shell fly ash-clay based lightweight aggregate with low water absorption by using sodium carbonate solution as binder. **Materials Chemistry and Physics**, v. 256, p. 123606, 2020.

RILEY, Charles M. Relation of chemical properties to the bloating of clays. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 34, n. 4, p. 121-128, 1951.

ROBAYO, Rafael A. et al. Alternative cements based on alkali-activated red clay brick waste. **Construction and Building Materials**, v. 128, p. 163-169, 2016.

ROSSIGNOLO, João Adriano. Concreto leve estrutural: Produção, propriedades, microestrutura e aplicações. **São Paulo: Pini**, 2009.

ROUFANEL, Georges et al. Influence of lightweight aggregates on the physical and mechanical residual properties of concrete subjected to high temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 268, p. 121221, 2021.

SANTIS, Bruno Carlos de; ROSSIGNOLO, João Adriano. Avaliação da influência de agregados leves de argila calcinada no desempenho de concretos estruturais. **Ambiente Construído**, v. 14, p. 21-32, 2014.

SANTOS, Flavia D. et al. Chamotte clay as potential low cost adsorbent to be used in the palm kernel biodiesel purification. **Applied Clay Science**, v. 149, p. 41-50, 2017.

SARIDEMIR, Mustafa; ÇELIKTEN, Serhat; YILDIRIM, Ahmet. Mechanical and microstructural properties of calcined diatomite powder modified high strength mortars at ambient and high temperatures. **Advanced Powder Technology**, v. 31, n. 7, p. 3004-3017, 2020.

SARKAR, Madhuchhanda; DANA, Kausik. Partial replacement of metakaolin with red ceramic waste in geopolymer. **Ceramics International**, v. 47, n. 3, p. 3473-3483, 2021.

SHAO, Jiahu et al. Study on the pozzolanic reaction of clay brick powder in blended cement pastes. **Construction and Building Materials**, v. 213, p. 209-215, 2019.

SHUGUANG, Hu; TINGTING, Yang; FAZHOU, Wang. Influence of mineralogical composition on the properties of lightweight aggregate. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 1, p. 15-18, 2010.

SOLTAN, Abdel Monem Mohamed *et al.* Lightweight aggregates from mixtures of granite wastes with clay. **Journal of Cleaner Production**, v. 117, p. 139-149, 2016.

SOUZA, Maelson Mendonça de. **Desenvolvimento de agregados leves a partir de resíduo de scheelita, lodo de esgoto e cinza da casca do arroz**. 2019. Dissertação de Mestrado. Brasil.

SOUZA, Nathaly Santana Leal de. **Desenvolvimento de agregados leves a partir de resíduos industriais e matérias-primas locais (Nordeste/Brasil)**. 2019. Dissertação de Mestrado. Brasil.

SOUZA, Maelson M. et al. Developing and classifying lightweight aggregates from sewage sludge and rice husk ash. **Case Studies in Construction Materials**, v. 12, p. e00340, 2020.

SOUZA, Maelson M.; ANJOS, Marcos AS; SÁ, Maria VVA. Using scheelite residue and rice husk ash to manufacture lightweight aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 270, p. 121845, 2021.

SRIRAM, Ganesan et al. Naturally available diatomite and their surface modification for the removal of hazardous dye and metal ions: a review. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 282, p. 102198, 2020.

SUN, Zhiming et al. A novel method for purification of low grade diatomite powders in centrifugal fields. **International Journal of Mineral Processing**, v. 125, p. 18-26, 2013.

SUN, Zhiming et al. Study on pilot-scale centrifugal separator for low-grade diatomite purification using response surface methodology. **Particulate Science and Technology**, v. 35, n. 1, p. 119-126, 2017.

SUN, Lingmin et al. Controlled synthesis of Zeolite adsorbent from low-grade diatomite: A case study of self-assembled sodalite microspheres. **Journal of Environmental Sciences**, v. 91, p. 92-104, 2020.

ŚWIERCZEK, Lesław; CIEŚLIK, Bartłomiej Michał; KONIECZKA, Piotr. The potential of raw sewage sludge in construction industry—A review. **Journal of Cleaner Production**, 2018.

TANG, Dawei et al. The reuse of red brick powder as a filler in styrene-butadiene rubber. **Journal of Cleaner Production**, v. 261, p. 120966, 2020.

TANG, Pei et al. Self-foaming high strength artificial lightweight aggregates derived from solid wastes: Expansion mechanism and environmental impact. **Construction and Building Materials**, v. 370, p. 130698, 2023.

TREMIÑO, Rosa María et al. Four-years influence of waste brick powder addition in the pore structure and several durability-related parameters of cement-based mortars. **Construction and Building Materials**, v. 306, p. 124839, 2021.

TUAN, Bui Le Anh et al. Development of lightweight aggregate from sewage sludge and waste glass powder for concrete. **Construction and building materials**, v. 47, p. 334-339, 2013.

WANG, Tenge et al. Large-scale prepared superhydrophobic HDTMS-modified diatomite/epoxy resin composite coatings for high-performance corrosion protection of magnesium alloys. **Progress in Organic Coatings**, v. 170, p. 106999, 2022.

WONG, Chee Lum et al. Mechanical strength and permeation properties of high calcium fly ash-based geopolymer containing recycled brick powder. **Journal of Building Engineering**, v. 32, p. 101655, 2020.

YANG, Xiaoping; SUN, Zhiming; ZHENG, Shuilin. Physical purification of diatomite based on laminar-flow centrifugal separation. **Physicochemical Problems of Mineral Processing**, v. 50, 2014.

YAO, Guangyuan et al. One-step hydrothermal synthesis of zeolite X powder from natural low-grade diatomite. **Materials**, v. 11, n. 6, p. 906, 2018.

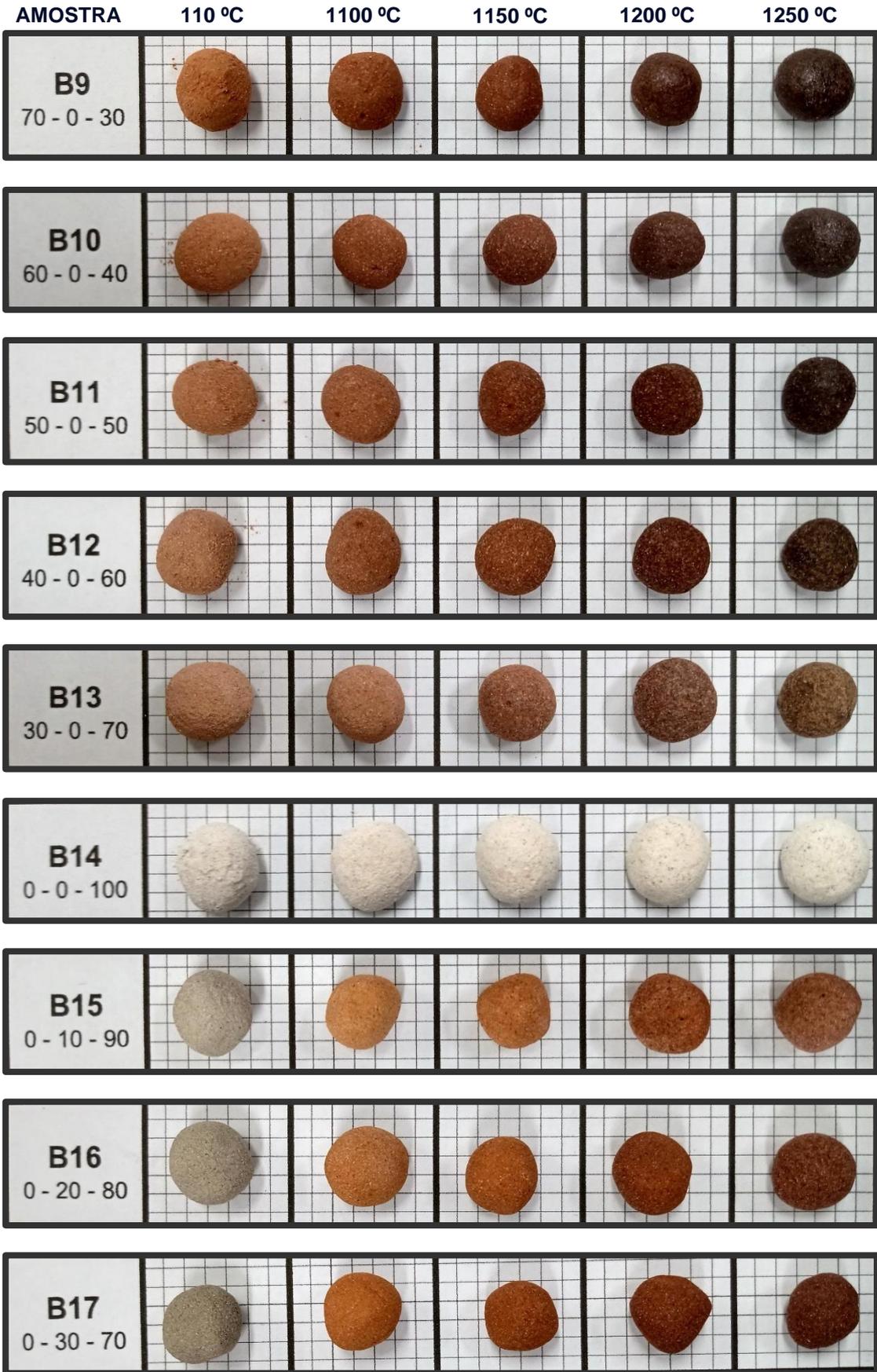
YAZIGI, Walid. **A técnica de edificar**. Pini/SindusCon-SP, 1999.

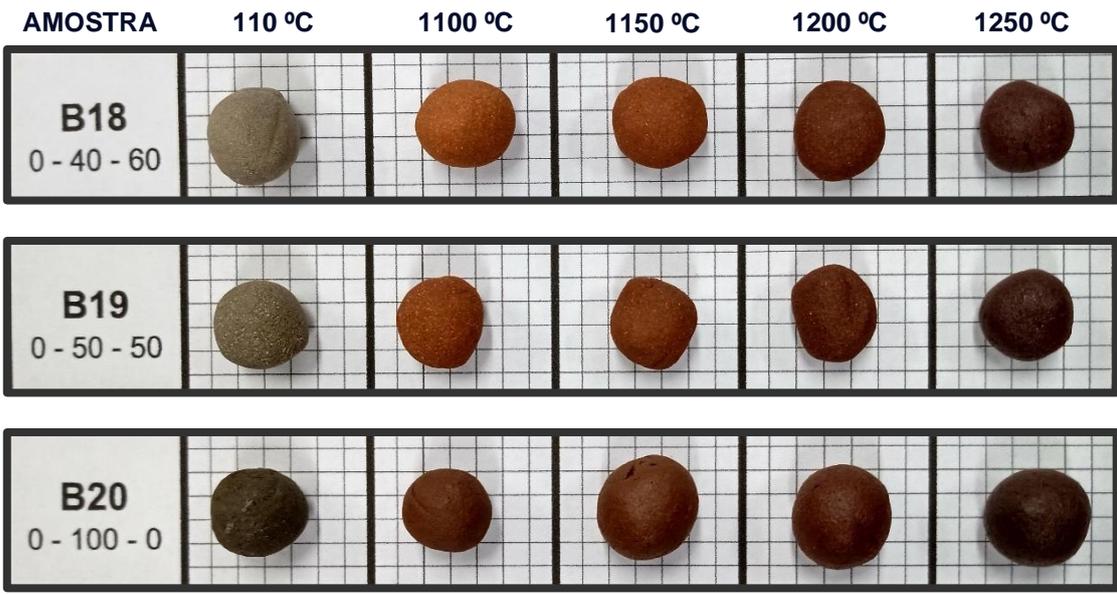
ZHANG, Shaohua et al. Influence of burning temperature and cooling methods on strength of high carbon ferrochrome slag lightweight aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 93, p. 1180-1187, 2015.

ZHANG, Ting et al. Enhancement of triisopropanolamine on the compressive strength development of cement paste incorporated with high content of wasted clay brick powder and its working mechanism. **Construction and Building Materials**, v. 302, p. 124052, 2021.

APÊNDICE A: MISTURAS BINÁRIAS APÓS SECAGEM E SINTERIZAÇÃO

AMOSTRA	110 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C
B1 100 - 0 - 0					
B2 90 - 10 - 0					
B3 80 - 20 - 0					
B4 70 - 30 - 0					
B5 60 - 40 - 0					
B7 90 - 0 - 10					
B6 50 - 50 - 0					
B8 80 - 0 - 20					





APÊNDICE B: MISTURAS TERNÁRIAS APÓS SECAGEM E SINTERIZAÇÃO



AMOSTRA

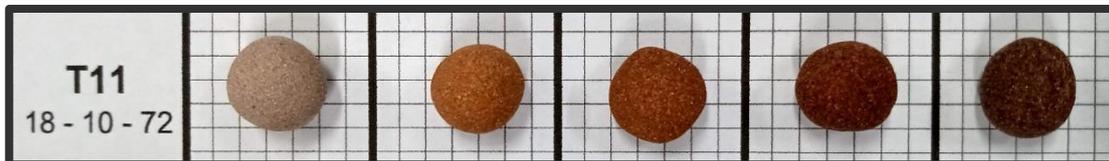
110 °C

1100 °C

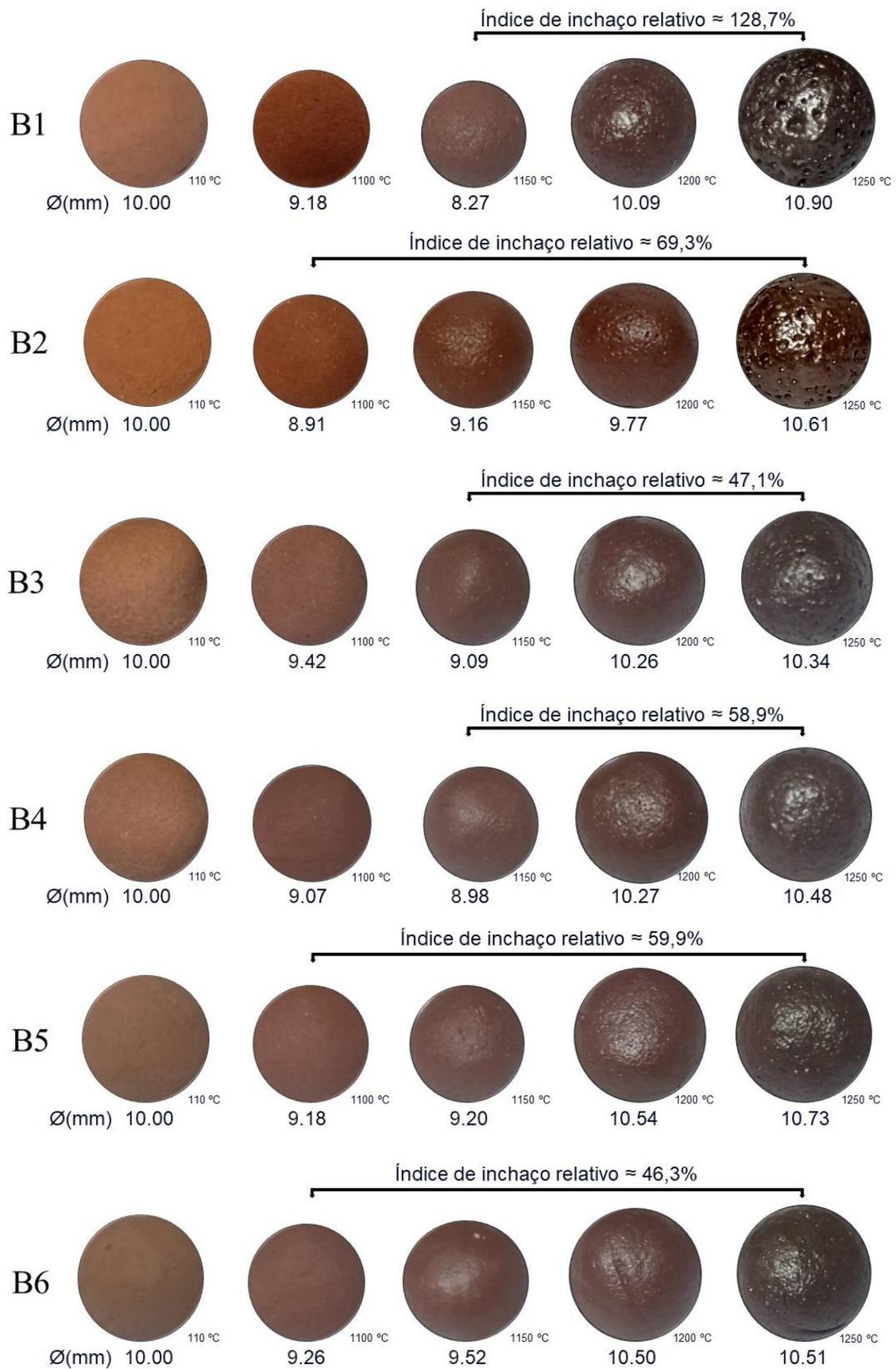
1150 °C

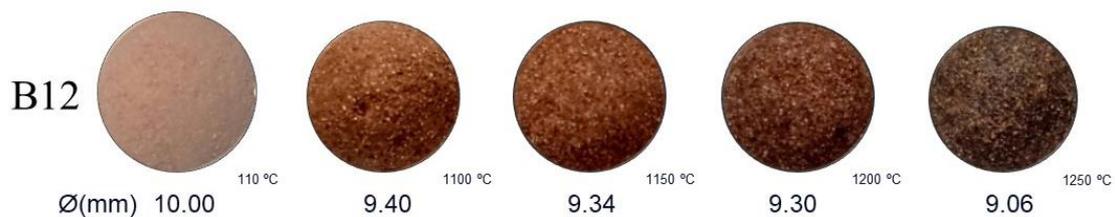
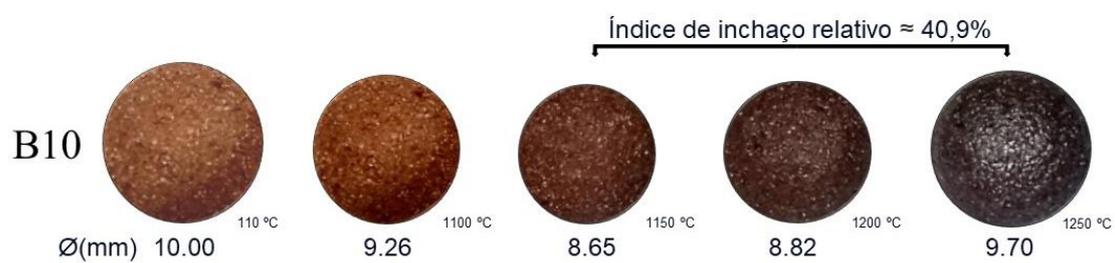
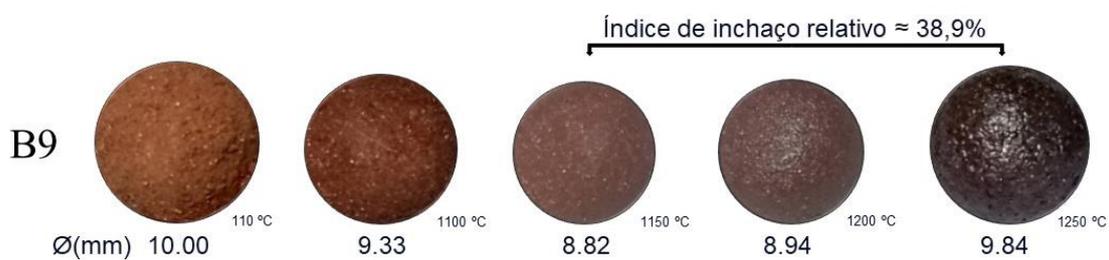
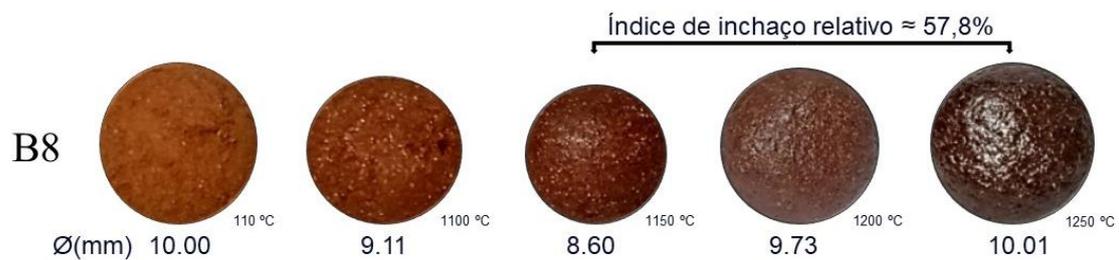
1200 °C

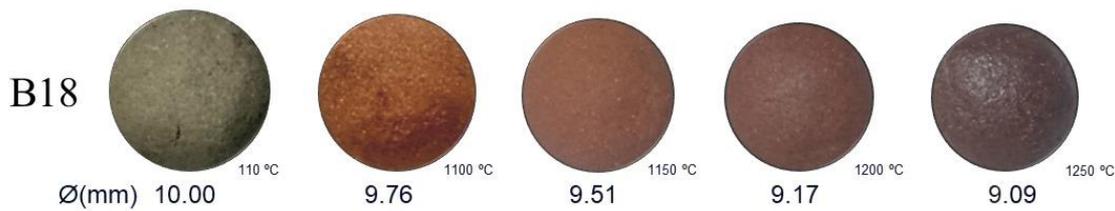
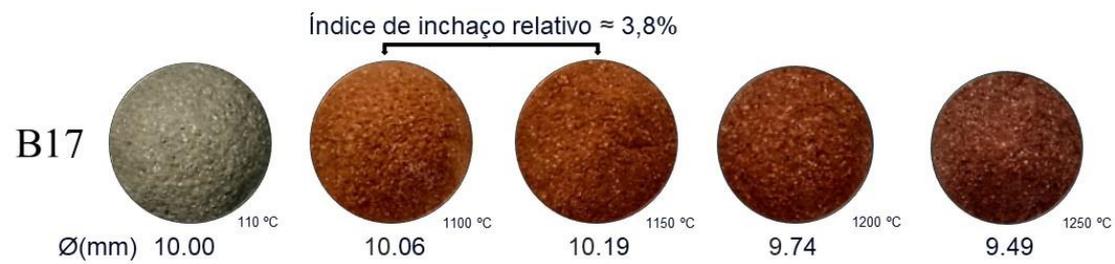
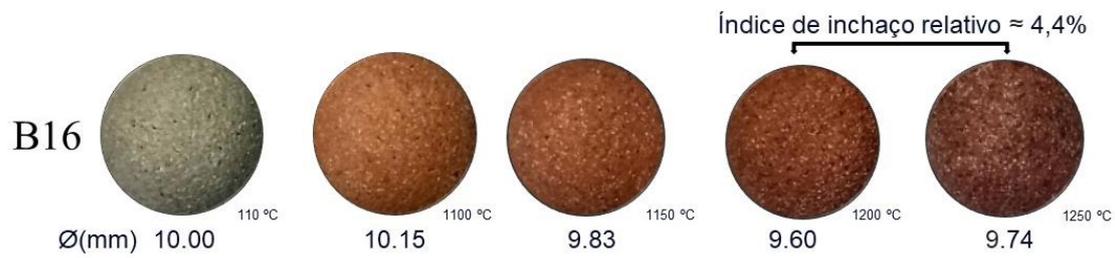
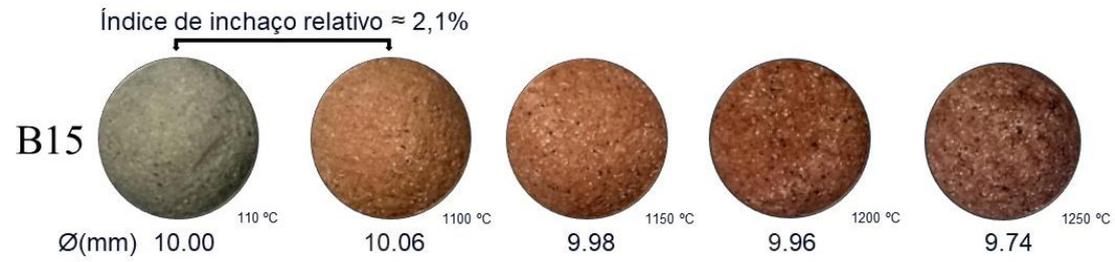
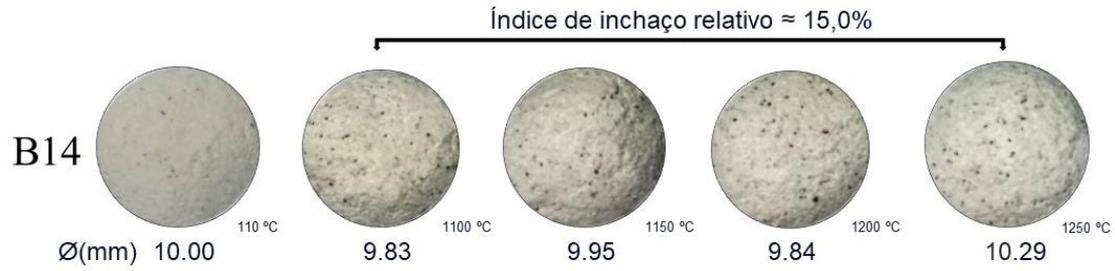
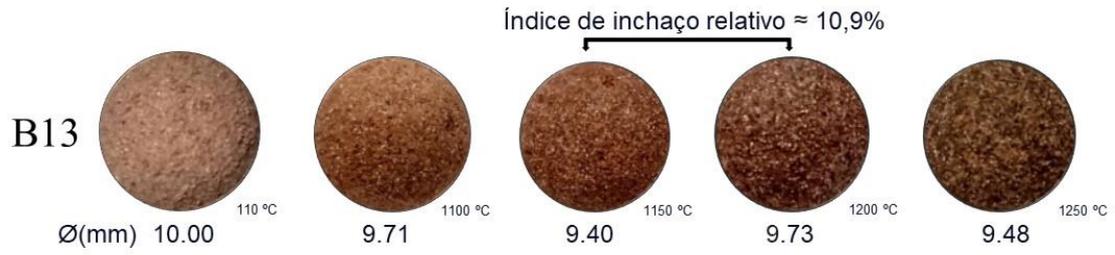
1250 °C

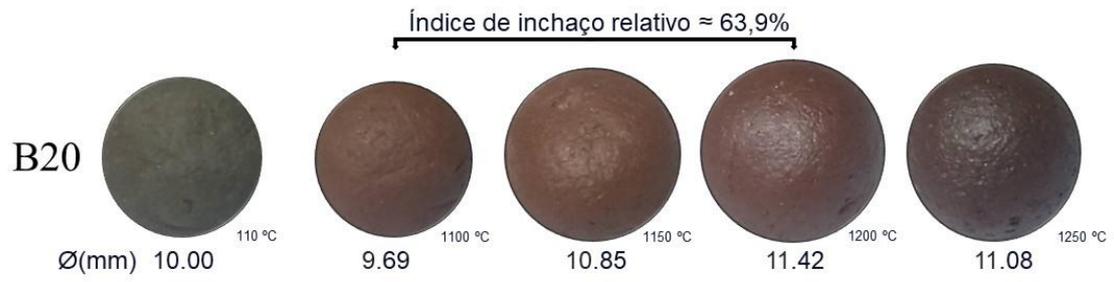
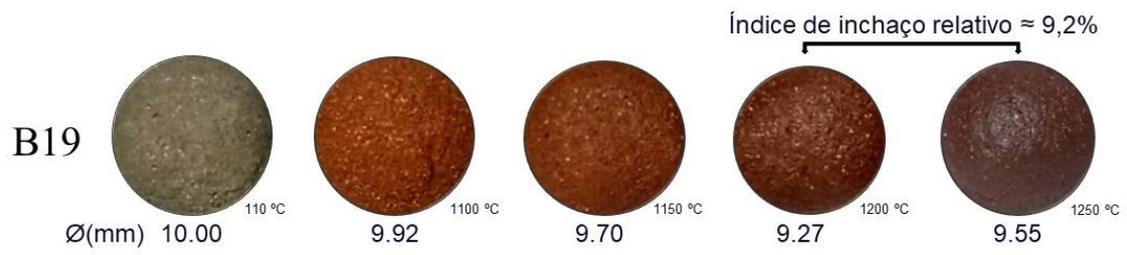


APÊNDICE C: ÍNDICE DE INCHAÇO RELATIVO DAS MISTURAS BINÁRIAS

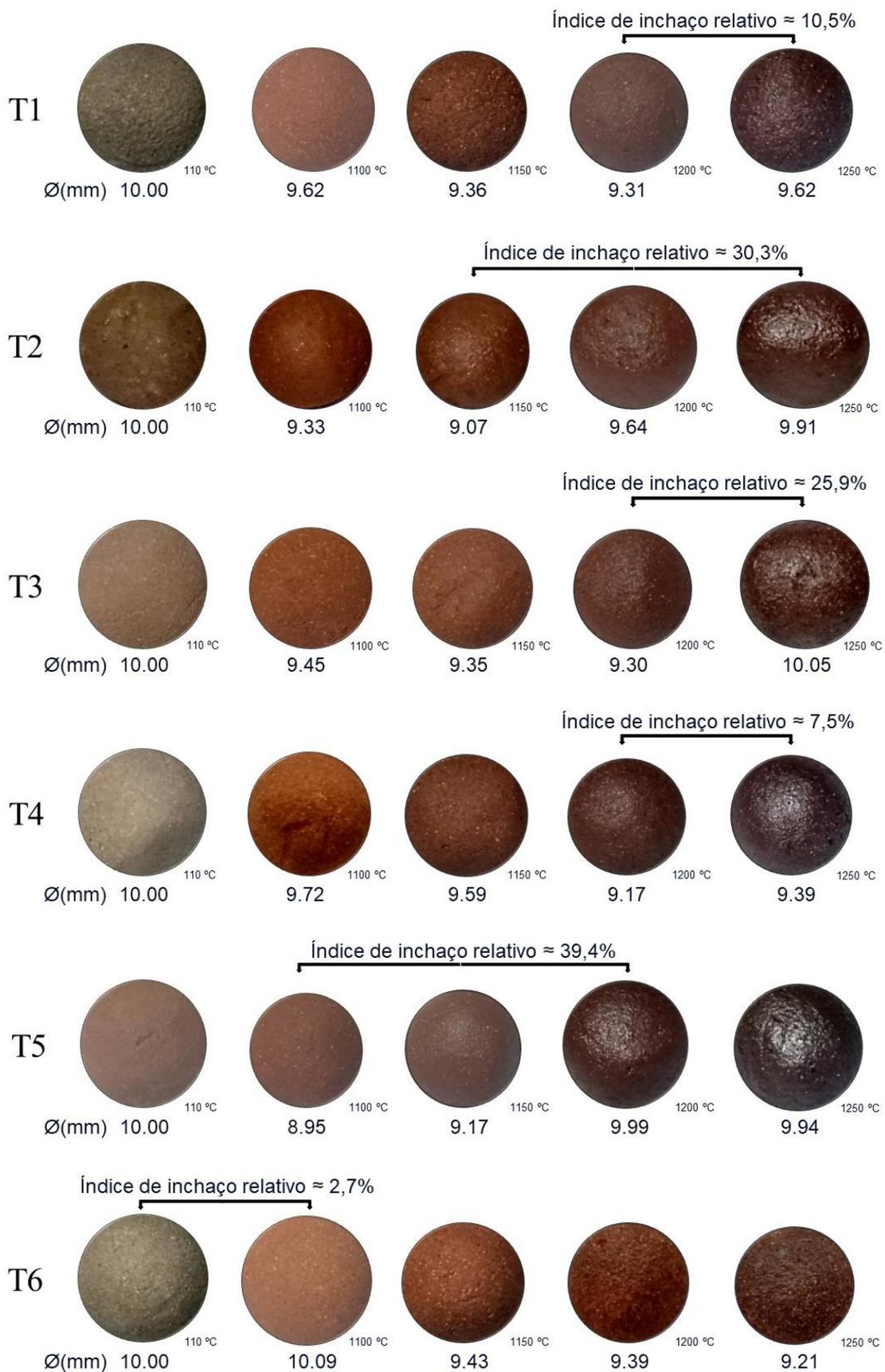


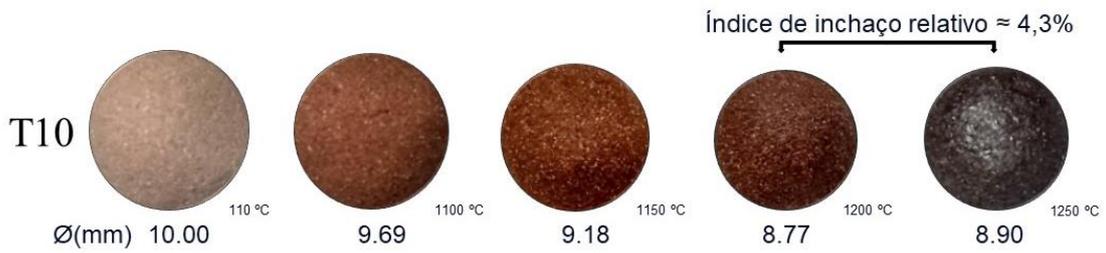
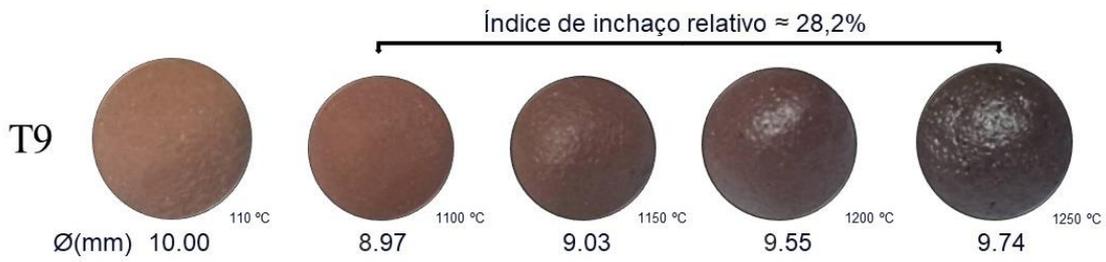
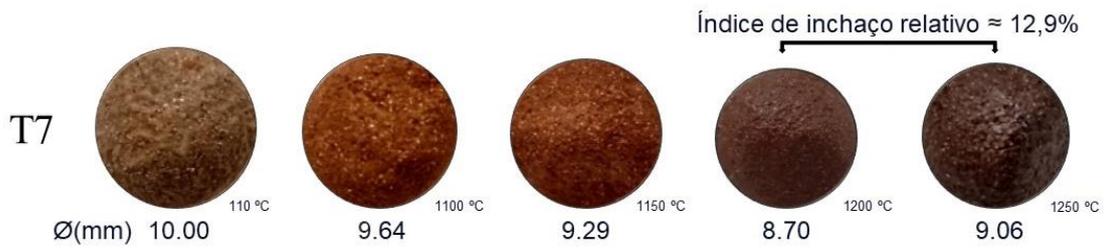






APÊNDICE D: ÍNDICE DE INCHAÇO RELATIVO DAS MISTURAS TERNÁRIAS





APÊNDICE E - DENSIDADE REAL (D_t) E DENSIDADE DAS AMOSTRAS SECAS, EXCLUINDO-SE OS POROS PERMEÁVEIS (ρ_s) DAS MISTURAS BINÁRIAS

AMOSTRAS	DENSIDADE REAL				DENSIDADE SECA (SEM POROS PERMEÁVEIS) (g/cm ³)			
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C
B1	2,66	2,64	2,61	2,60	2,43	2,47	1,79	1,46
B2	2,65	2,65	2,61	2,61	2,41	2,44	1,79	1,62
B3	2,65	2,65	2,61	2,61	2,40	2,40	1,65	1,64
B4	2,64	2,65	2,62	2,61	2,45	2,39	1,68	1,66
B5	2,63	2,65	2,62	2,61	2,48	2,34	1,69	1,64
B6	2,62	2,65	2,62	2,61	2,49	2,24	1,68	1,65
B7	2,64	2,63	2,60	2,59	2,49	2,50	1,86	1,71
B8	2,63	2,61	2,58	2,57	2,43	2,43	2,01	1,79
B9	2,61	2,59	2,57	2,56	2,41	2,39	2,32	1,89
B10	2,59	2,58	2,56	2,54	2,38	2,36	2,34	2,02
B11	2,57	2,56	2,54	2,53	2,33	2,32	2,27	2,21
B12	2,55	2,54	2,53	2,52	2,37	2,34	2,27	2,21
B13	2,53	2,52	2,51	2,50	2,33	2,31	2,28	2,24
B14	2,48	2,47	2,47	2,46	2,31	2,32	2,34	2,33
B15	2,49	2,49	2,49	2,47	2,24	2,25	2,26	2,24
B16	2,50	2,51	2,50	2,49	2,29	2,27	2,28	2,22
B17	2,51	2,53	2,52	2,50	2,31	2,31	2,28	2,21
B18	2,52	2,55	2,53	2,52	2,33	2,31	2,24	2,19
B19	2,53	2,56	2,55	2,53	2,30	2,27	2,25	2,00
B20	2,59	2,65	2,62	2,61	2,00	1,42	1,31	1,31

APÊNDICE F - POROSIDADE TOTAL (P_T) E POROSIDADE ABERTA (P_o) DAS MISTURAS BINÁRIAS

AMOSTRAS	POROSIDADE TOTAL (%)				POROSIDADE ABERTA (%)			
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C
B1	21,36	8,08	32,32	45,42	14,02	1,76	1,10	2,39
B2	17,57	8,91	32,04	38,41	9,20	1,10	0,72	1,10
B3	16,01	9,89	37,36	37,44	7,52	0,60	0,96	0,89
B4	12,34	10,19	36,51	36,80	5,64	0,40	0,86	1,03
B5	9,41	11,83	35,90	37,63	3,83	0,34	0,64	0,73
B6	6,32	15,49	36,12	37,29	1,49	0,18	0,67	0,73
B7	25,49	7,26	29,80	34,99	20,75	2,66	1,91	1,84
B8	28,38	11,28	24,20	31,77	22,59	4,64	2,75	1,86
B9	33,13	16,68	11,82	27,97	27,70	9,55	2,31	2,51
B10	37,03	23,94	11,76	23,05	31,66	16,97	3,45	3,01
B11	40,58	31,04	17,76	14,81	34,38	24,04	7,90	2,60
B12	43,28	36,08	25,34	18,46	38,83	30,56	16,78	7,39
B13	45,25	40,83	32,39	29,41	40,49	35,31	25,44	21,13
B14	54,09	52,26	50,71	49,18	50,81	49,15	47,92	46,43
B15	46,56	45,06	43,99	43,49	40,76	39,21	38,51	37,51
B16	41,91	39,91	36,66	35,78	36,50	33,62	30,57	28,06
B17	39,57	35,77	30,71	28,26	34,43	29,68	23,58	18,94
B18	32,82	27,50	20,91	16,69	27,27	20,04	10,70	4,25
B19	28,00	21,67	16,44	24,32	20,69	11,70	5,32	3,88
B20	22,97	46,74	50,36	50,16	0,32	0,43	0,66	0,43

APÊNDICE G - DENSIDADE REAL (D_t) E DENSIDADE DAS AMOSTRAS SECAS, EXCLUINDO-SE OS POROS PERMEÁVEIS (ρ_s) DAS MISTURAS TERNÁRIAS

AMOSTRAS	DENSIDADE REAL				DENSIDADE SECA (SEM POROS PERMEÁVEIS) (g/cm ³)			
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C
T1	2,54	2,57	2,55	2,54	2,33	2,28	2,28	1,97
T2	2,58	2,60	2,58	2,57	2,34	2,37	2,07	1,84
T3	2,57	2,59	2,57	2,56	2,34	2,32	2,28	1,89
T4	2,54	2,56	2,54	2,53	2,33	2,27	2,25	2,00
T5	2,60	2,62	2,59	2,58	2,38	2,41	1,80	1,75
T6	2,52	2,53	2,52	2,51	2,30	2,28	2,23	2,18
T7	2,56	2,57	2,55	2,54	2,37	2,31	2,27	2,02
T8	2,53	2,54	2,53	2,51	2,29	2,27	2,20	2,12
T9	2,63	2,63	2,60	2,59	2,38	2,44	1,74	1,70
T10	2,55	2,55	2,53	2,52	2,28	2,26	2,20	2,11
T11	2,52	2,52	2,51	2,50	2,25	2,21	2,18	2,17

APÊNDICE H - POROSIDADE TOTAL (P_T) E POROSIDADE ABERTA (P_o) DAS MISTURAS TERNÁRIAS

AMOSTRAS	POROSIDADE TOTAL (%)				POROSIDADE ABERTA (%)			
	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C	1250 °C
T1	27,6	20,6	14,8	25,3	20,9	10,3	4,4	3,7
T2	19,3	12,2	22,4	30,5	11,1	3,7	3,5	2,9
T3	24,9	15,9	14,3	28,3	17,7	6,2	3,3	3,1
T4	30,1	23,3	15,8	23,9	23,8	13,4	4,9	3,9
T5	15,7	10,0	32,6	33,6	7,9	2,3	2,8	1,8
T6	37,9	33,7	28,4	24,4	32,2	26,3	19,0	13,2
T7	33,4	23,9	14,6	22,8	28,1	15,3	4,2	3,1
T8	37,2	31,0	23,3	19,1	30,5	22,8	11,9	4,2
T9	19,2	9,2	34,4	35,2	10,6	2,0	2,0	1,3
T10	37,3	28,8	18,6	18,6	30,0	19,6	6,1	2,8
T11	42,9	38,0	31,7	28,0	36,1	29,4	21,4	17,2