



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE POS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS



**RANIERE FERNANDES COSTA**

**SECAGEM E QUEIMA DE PLACAS CERÂMICAS  
COM ADIÇÃO DE REJEITO DE DIATOMITA:  
CARACTERIZAÇÃO E SIMULAÇÃO**

Campina Grande  
2022

RANIERE FERNANDES COSTA

**SECAGEM E QUEIMA DE PLACAS CERÂMICAS  
COM ADIÇÃO DE REJEITO DE DIATOMITA:  
CARACTERIZAÇÃO E SIMULAÇÃO**

Tese de doutorado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), como parte dos requisitos necessário para obtenção do título de Doutor em Engenharia de Processos.

**Orientadores:** Prof. Dr. José Jefferson da Silva Nascimento  
Profa. Dra. Maria Luiza de Souza Rezende

Campina Grande  
2022

C837s

Costa, Raniere Fernandes.

Secagem e queima de placas cerâmicas com adição de rejeito de diatomita: caracterização e simulação / Raniere Fernandes Costa. – Campina Grande, 2022.

139 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2022.

"Orientação: Prof. Dr. José Jefferson da Silva Nascimento, Profa. Dra. Maria Luiza de Souza Rezende".

Referências.

1. Desenvolvimento e Tecnologia de Materiais. 2. Curvas de Secagem – Placas Cerâmicas. 3. Argila. 4. Calor e Umidade. I. Nascimento, José Jefferson da Silva. II. Rezende, Maria Luiza de Souza. III. Título.

CDU 620.162:666.3-1(043)

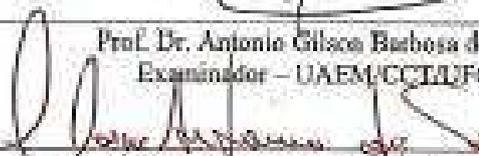
MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO DE RANIERE FERNANDES COSTA APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS DO CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE.

Tese apresentada e aprovada no dia 25 de fevereiro de 2022

### BANCA EXAMINADORA

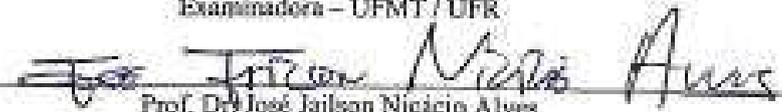
  
Prof. Dr. José Jefferson de Silva Nascimento  
Orientador – CCT/UAEmat/ UFCG

  
Profa. Dra. Maria Luiza de Souza-Rezende  
Orientadora – CETS/EP/UFCG

  
Prof. Dr. Antonio Gilson Barbosa de Lima  
Examinador – UAEM/CCT/UFCG

  
Prof. Dr. Marcos Antônio de Sousa-Simplicio  
Examinador – DEC/UFCG

  
Profa. Ariadne Soares Meira  
Examinadora – UFMT / UFR

  
Prof. Dr. José Jailson Nizácio Alves  
Examinador – UFCG/UAEQ

Campina Grande, Fevereiro de 2022.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais, por serem minha base, por me darem amor, educação, direcionamento e incentivo durante toda a vida. Sem eles, a caminhada seria mais árdua.

*Raniere Fernandes Costa*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me fazer acreditar e me ajudar a alcançar os objetivos preestabelecidos.

À minha família, especialmente aos meus pais, Francisco Costa Júnior e Itã Fernandes Dantas, aos meus irmãos, Rômulo e Leonardo, por toda a paciência e apoio dado durante esses anos e por sempre me motivarem, entenderem os momentos de afastamento e reclusão.

Aos meus orientadores, Prof. Dr José Jefferson da Silva Nascimento e a Prof (a) Dr (a) Maria Luiza de Souza Rezende pelos ensinamentos, auxílios, incentivos e orientações durante toda a trajetória. Meus sinceros agradecimentos e eterna gratidão.

À todos do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos que contribuíram de maneira direta ou indireta para a realização desta pesquisa, especialmente Alysson Dantas Ferreira, José Jorge, Diego Araújo pela amizade e colaboração na elaboração deste trabalho.

Aos amigos Valter Bezerra Dantas, Valneide, e Marineide Jussara por me incentivarem desde o início a entrar no doutorado.

A UFCG, que disponibilizou toda infra-estrutura para o desenvolvimento desta pesquisa.

Aos Laboratórios pertencente à Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMa) e de Soldagem da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica, da Universidade Federal de Campina Grande.

Ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), pela bolsa de estudos e auxílio financeiro que possibilitou a dedicação integral ao programa de pós graduação e a operacionalização do estudo.

A todos que de uma forma ou de outra contribuíram para a realização deste trabalho.

Muito obrigado!

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

(José de Alencar)

COSTA, Raniere Fernandes. **Secagem e queima de placas cerâmicas com adição de rejeito de diatomita**: caracterização e simulação. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2022.

## **RESUMO**

A cerâmica vermelha apresenta alto potencial de uso nas mais diversas áreas da construção civil e suas propriedades podem ser melhoradas através da utilização de materiais alternativos por substituição a argila. Os produtos finais na sua grande maioria são de baixa qualidade, devido a processos inadequados. Dentro deste contexto, este trabalho visa avaliar resultados dos processos de secagem e queima de placas cerâmicas com adição de rejeito de diatomita em sua composição, realizando a caracterização termogravimétrica, física, química, mecânica e a simulação computacional. Foram confeccionados placas cerâmicas com dimensões de 60 x 20 x 5 mm, com adição de rejeito em níveis de (10, 20 e 30 %) em massa de argila com tempos de homogeneização de (30, 45 e 60 min). A tese apresenta resultados experimentais de placas submetidos a secagem em estufas com diferentes temperaturas (60, 80 e 110 °C), logo após as placas foram queimadas nas temperaturas de 800, 900 e 1000 °C, e em seguida determinados as propriedades físico-mecânicas. A partir dos dados obtidos realizou-se simulações computacionais com os modelos concentrados, distribuídos e CFD. Verificou-se a partir dos resultados experimentais que a melhor composição para as propriedades físico-mecânica foi a de 10% de rejeito com tempo de homogeneização de 30 min e temperatura de queima de 800 °C. A cerca dos resultados teóricos do processo de secagem das placas cerâmicas concluiu-se que a temperatura é o principal parâmetro que controla a retirada de umidade do material. Foi observado que o rejeito de diatomita diminui a retenção de água nas placas sendo os melhores resultados encontrados para as misturas com 30% de rejeito. Entretanto, verificou-se o inverso para o tempo de homogeneização, havendo a tendência de maior retenção de água para maiores tempos. As curvas de secagem construídas a partir das curvas da cinética apresentaram uma boa concordância com os dados experimentais, sendo validados dentro de um intervalo de confiança de 99%. O modelo de transferência de calor e umidade, bem como as condições de contorno utilizadas, foram capazes de prever o fenômeno de secagem e aquecimento das placas cerâmicas.

**Palavras-chave:** Calor. Massa. Umidade. Curvas de secagem. Argila.

COSTA, Raniere Fernandes. **Study of drying and firing of clay plates with the addition of diatom mesh**: characterization and simulation. Thesis (Doctorate in Process Engineering) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2022.

## **ABSTRACT**

Red ceramic has a high potential for use in the most diverse areas of civil construction and its properties can be improved through the use of alternative materials by substitution or addition to clay. The final products are mostly of low quality, due to inadequate processes. Within this context, this work aims to evaluate the results of the drying and firing processes of ceramic slabs with the addition of diatomite waste in their composition, performing thermogravimetric, physical, chemical, mechanical characterization and computer simulation. Ceramic plates with dimensions of 60x20x5 mm were made, with addition of waste at levels of (10, 20 and 30%) in clay mass with homogenization times of (30, 45 and 60 min). The thesis presents experimental results of slabs submitted to drying in ovens at different temperatures (60, 80 and 110°C), after which the slabs were fired at temperatures of 800, 900 and 1000°C, and then the physical-mechanical properties were determined. From the data obtained, computer simulations were carried out with the concentrated, distributed and CFD models. From the experimental results, it was found that the best composition for the physical-mechanical properties was 10% waste with a homogenization time of 30 min and a firing temperature of 800 °C. About the theoretical results of the drying process of ceramic slabs, it was concluded that temperature is the main parameter that controls the removal of moisture from the material. It was observed that the diatomite tailings decrease the water retention in the plates, with the best results found for the mixtures with 30% tailings. However, the inverse was verified for the homogenization time, with a tendency of greater water retention for longer times. The drying curves constructed from the kinetics curves showed good agreement with the experimental data, being validated within a 99% confidence interval. The Laplacian model of heat and moisture transfer, as well as the boundary conditions used, were able to predict the phenomenon of drying and heating of ceramic slabs.

**Keywords:** Heat. Mass. Moisture. Drying curves. Clay.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Mina de diatomita .....	31
Figura 2.2 – Diatomita calcinada.....	31
Figura 2.3 – Fluxograma do processo industrial da diatomita .....	32
Figura 2.4 – a) Classificação pneumática do rejeito e diatomita calcinada; b) rejeito descartado após processo final .....	33
Figura 2.5 – Tijolos maciços empilhados.....	35
Figura 2.6 – Fluxograma do processo produtivo de cerâmica vermelha.....	36
Figura 2.7 – Processos de troca na secagem de materiais .....	40
Figura 2.8 – Curvas típicas de secagem .....	41
Figura 2.9 – Taxa de secagem em função do teor de umidade em processos de secagem de materiais .....	43
Figura 2.10 – Tipos de umidade envolvidos na secagem de sólidos.....	45
Figura 2.11 – Fases da retração .....	46
Figura 2.12 – Curva de Bigot: perda de água e retração .....	45
Figura 2.13 – Número de artigos sobre tecnologia de secagem e sua relação com métodos computacionais avançados, obtidos a partir da Scopus, em função do tempo .....	55
Figura 3.1 – Fluxograma das etapas que compõem a fase experimental .....	62
Figura 3.2 – Materiais peneirados: a) Rejeito da diatomita b) argila .....	68
Figura 3.3 – a) Representação da placa cerâmica com suas dimensões 60 x 20 x 5 mm; b) Placas cerâmicas após conformação.....	69
Figura 3.4 – a) Representação da bandeja de arame galvanizado com as respectivas placas cerâmicas; b) Esquema representativo da estufa com as amostras posicionadas dentro da bandeja de arame galvanizado.....	70
Figura 3.5 – a) Placas cerâmicas pós queima; b) Placas cerâmicas armazenados em sacos plásticos .....	72
Figura 3.6 – Detalhe da máquina de ensaio de flexão em três pontos.....	75
Figura 3.7 – Geometria e malha da placa cerâmica.....	79
Figura 4.1 – Difratoograma de raios x da argila.....	85
Figura 4.2 – Difratoograma de raios x do rejeito de diatomita.....	86
Figura 4.3 – Análise térmica DTA/TGA da argila .....	87
Figura 4.4 – Análise térmica DTA/TGA do rejeito de diatomita.....	88
Figura 4.5 – Diagrama de Pareto para os parâmetros avaliados.....	88

Figura 4.6 – Gráficos das variações de umidade pela variação dos parâmetros avaliados .....	90
Figura 4.7 – Gráfico das variações da umidade pela interação entre os parâmetros avaliados	91
Figura 4.8 – Comportamento da umidade dos experimentos .....	92
Figura 4.9 – a) absorção de água para tempo de homogeneização de 30 min; b) Absorção de água para tempo de homogeneização de 60 min .....	94
Figura 4.10 – a) Porosidade aparente para tempo de homogeneização de 30 min; b) porosidade aparente para tempo de homogeneização de 60 min.....	96
Figura 4.11 – a) Massa específica aparente para tempo de homogeneização de 30 min; b) para tempo de homogeneização de 60 min.....	98
Figura 4.12 – a) Retração linear de queima para tempo de homogeneização de 30 min; b) para tempo de homogeneização de 60 min.....	100
Figura 4.13 – a) Resistência a flexão em três pontos para tempo de homogeneização de 30 min; b) Resistência a flexão em três pontos para tempo de homogeneização de 60 min..	100
Figura 4.14 – Gráfico de probabilidade normal a) N e b) Q .....	145
Figura 4.15- Gráfico dos resíduos versus valores ajustados a) N b) Q .....	105
Figura 4.16- Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto .....	107
Figura 4.17 – Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto; a) P10T60H30; b) P30T110H60 .....	109
Figura 4.18 – Comparativos das curvas teóricas de secagem com os dados experimentais ..	109
Figura 4.19 – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade mássica .....	111
Figura 4.20 – Gráficos dos resíduos versus valores ajustados para a difusividade mássica ..	111
Figura 4.21– Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto para a difusividade mássica .....	112
Figura 4.22 – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade térmica .....	114
Figura 4.23 – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade térmica .....	115
Figura 4.24 – Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto para a difusividade térmica .....	116
Figura 4.25 – Comportamento do teor de umidade dos tijolos durante o teor de secagem....	117
Figura 4.26 – Comportamento da saída do teor de umidade do comprimento das placas (C = 60,83mm) durante a secagem no interior da estufa (plano YX) para secagem a 110 °C .....	119
Figura 4.27 – Comportamento da saída do teor de umidade da largura das placas L = 20,63 mm durante a secagem no interior da estufa (Plano ZX) para secagem a 110 °C.	118

Figura 4.28 – Comportamento da saída do teor de umidade da espessura das placas H = 4,52mm durante a secagem no interior da estufa (Plano ZY) para secagem a 110 °C ...	119
Figura 4.29 – Comportamento da temperatura adimensional das placas durante o teor de secagem .....	120
Figura 4.30 – Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano YX) para secagem a 110 °C e comprimento C = 60,83 mm .....	111
Figura 4.31 – Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano ZX) para secagem a 110 °C na largura L = 20,63 mm .....	121
Figura 4.32 – Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano ZY) para secagem a 110 °C na espessura H = 4,52 mm .....	122

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Classificação dos materiais cerâmicos.....	22
Tabela 2.2 – Propriedades físico-químicas da diatomita.....	30
Tabela 2.3 – Etapas do processo de secagem .....	44
Tabela 2.4 – Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem.....	50
Tabela 3.1 – Ensaios para caracterização da argila e respectivas normas .....	63
Tabela 3.2 – Ensaios para caracterização das propriedades físico-químicas do rejeito de diatomita .....	63
Tabela 3.3 – Formulações das normas que serão utilizadas .....	65
Tabela 3.4 – Variáveis estudadas a níveis de variação.....	67
Tabela 3.5 – Formulação das amostras.....	67
Tabela 3.6 – Matriz de experimento do planejamento fatorial $2^k$ .....	71
Tabela 3.7 – Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem.....	76
Tabela 4.1 – Valores obtidos da análise granulométrica das amostras de argila e rejeito de diatomita .....	82
Tabela 4.2 – Análises químicas por FRX.....	83
Tabela 4.3 – Análise Química por Fluorescência de Raios-X.....	84
Tabela 4.4 – Resultados da umidade para o planejamento experimental .....	88
Tabela 4.5 – Resultado do teste do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) .....	101
Tabela 4.6 – Resultado do teste estatístico do chi-quadrado .....	102
Tabela 4.7 – Resultado do teste estatístico do RMSE .....	103
Tabela 4.8 – Valores dos parâmetros de ajuste de Page.....	104
Tabela 4.9 – Parâmetros para validação dos modelos desenvolvidos para Page .....	106
Tabela 4.10 – Resultado do teste do coeficiente de determinação $R^2$ para a difusividade mássica .....	110
Tabela 4.11 – Valores da difusividade mássica.....	110
Tabela 4.12 – Parâmetros para validação do modelo desenvolvido para a difusividade mássica .....	112
Tabela 4.13 – Resultado do teste do coeficiente de determinação $R^2$ para a difusividade térmica .....	114
Tabela 4.14 – Valores da difusividade térmica .....	114

Tabela 4.15 – Parâmetros para validação do modelo desenvolvido para a difusividade térmica  
115

Tabela 4.16 – Parâmetros físicos utilizados para simular a transferência de massa e calor... 117

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Abs	Absorção de água por imersão;
AG	Análise granulométrica
Anfacer	Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica
ATG	Análise termogravimétrica
CATT 3	<i>Computer Aided Thermodynamics Tables 3</i>
CE	Condutividade Elétrica
CETEM/MCT	Centro de Tecnologia Mineral do Ministério de Ciência e Tecnologia
CFD	<i>Computational fluid dynamics</i> (fluidodinâmica computacional)
DRX	Difração de raios X
DTA	Análise térmica diferencial
EDX	Espectrometria dispersiva de raios X
G <sub>laser</sub>	Granulometria
MSR	Metodologia de Superfície de Resposta
MVF	Método dos Volumes Finitos
Rep	Réplica
RLQ	Retração linear pós queima;
UFMG	Universidade Federal de Campina Grande

## NOMECLATURA

$AA$	Absorção de água	[%]
$D$	Difusividade mássica	[m/s <sup>2</sup> ]
$\alpha$	Difusividade térmica	[m/s <sup>2</sup> ]
$M_e$	Umidade de equilíbrio	
$M_0$	Teor de umidade inicial	
$M_d$	Teor de umidade no tempo $t$	
$\rho_a$	Massa específica aparente	[g/cm <sup>3</sup> ]
$P$	Carga atingida no momento da ruptura	[N]
$\nu$	Coefficiente de Poisson	
$f$	Resistência a flexão em três pontos	[Mpa]
$c$	Calor específico	[cal/g.°C]
$\lambda$	Coefficiente de condutibilidade térmica	[W/m <sup>2</sup> °C]
$\alpha$	Coefficiente de dilatação linear	
$\theta$	Temperatura do sólido	
$k, k_0, k_1$	Constantes de secagem por minuto	
$a, b, c, n$	Coefficientes dos modelos	
$t$	Tempo de secagem	
$\chi^2$	Valores do chi-quadrado	
$R^2$	Coefficiente de determinação	
$RMSE$	Erro do mínimos quadrados	
$\rho_{real}$	Massa específica aparente	
$S_{esp}$	Área específica	
$h$	Altura das placas	
$L_i$	Comprimento da amostra pós-queima	
$L_0$	Comprimento inicial pré-queima	
$R_q$	Varição da retração linear	
$T$	temperatura de secagem	
$T_s$	Teor de substituição	
$T_q$	Temperatura de queima	
$P_a$	Porosidade aparente	
$W$	Teor de umidade no tempo $t$	[min]

$WR$	Razão de umidade	
$W_0$	Teor de umidade inicial	
$R_q$	Varição de retração linear pós-queima	[%]
$P_u$	Peso do corpo saturado	[g]
$P_s$	Peso da amostra seca pós-queima	[g]
$Q$	Temperatura adimensional	

## SUMÁRIO

<b>CAPITULO 1</b> .....	17
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	17
<b>1.1 Justificativa</b> .....	18
<b>1.2 Objetivos</b> .....	19
1.2.1 Geral .....	19
1.2.2 Específicos.....	19
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	21
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	21
<b>2.1 Cerâmica</b> .....	21
2.1.1 Materiais cerâmicos .....	21
2.1.2 Propriedades .....	23
2.1.3 Materias primas utilizados no processamento cerâmico .....	24
2.1.3.1 Argila e argilominerais .....	24
2.1.3.2 Tipos de argila.....	26
2.1.4 Aproveitamento de rejeitos minerais em tijolos cerâmicos.....	27
<b>2.2 Terra diatomácea ou diatomita</b> .....	28
2.2.1 Origem no Brasil .....	28
2.2.2 Definição e composição.....	28
2.2.3 Propriedades .....	29
2.2.4 Processos de beneficiamento.....	30
2.2.5 Utilização da diatomita em materiais cerâmicos .....	33
<b>2.3 Tijolos maciços</b> .....	35
2.3.1 Fabricação e tratamento .....	35
2.3.2 Processos produtivo da cerâmica vermelha.....	36
<b>2.4 Secagem: materiais cerâmicos</b> .....	38
2.4.1 Curvas características do processo de secagem.....	40
2.4.2 Classificação da umidade conta num sólido .....	44
2.4.3 Retração .....	45
2.4.4 Teorias de secagem.....	47
<b>2.5 Modelagem do processo de secagem</b> .....	47
2.5.1 Modelos baseados na análise concentrada.....	49

2.5.1.1 Modelos empíricos e semi-empíricos .....	49
2.5.2 Modelos baseados numa análise distribuída.....	50
2.5.2.1 Modelo difusivo .....	50
<b>2.6 Pesquisas publicadas na área de secagem de materiais cerâmicos .....</b>	<b>51</b>
2.6.1 Estudos experimentais .....	51
2.6.2 Simulação numérica .....	54
2.6.2.1 Malha adaptativa.....	57
<b>2.7 Planejamento experimental: otimização e análise de resultados .....</b>	<b>57</b>
2.7.1 Planejamento fatorial.....	58
<b>CAPÍTULO 3 .....</b>	<b>60</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>60</b>
<b>3.1 Abordagem experimental.....</b>	<b>60</b>
3.1.1 Definição das variáveis.....	60
3.1.2 Materiais .....	61
3.1.2.1 Argila.....	61
3.1.2.2 Rejeito de diatomita.....	61
3.1.3 Procedimento experimental .....	61
3.1.3.1 Caracterização dos materiais.....	63
3.1.3.2 Ensaio de caracterização .....	64
3.1.4 Ensaio tecnológico das placas cerâmicas .....	65
3.1.4.1 Planejamento experimental .....	65
3.1.5 Processo de conformação das placas .....	67
3.1.6 Secagem.....	68
3.1.6.1 Equipamentos usados na secagem .....	68
3.1.6.2 Procedimentos experimentais: processo de secagem.....	70
3.1.7 Queima das placas cerâmicas .....	72
3.1.8 Ensaio das propriedades físico-mecânicas das placas cerâmicas pós-queima.....	72
3.1.8.1 Retração linear .....	73
3.1.8.2 Absorção de água .....	73
3.1.8.3 Porosidade aparente.....	74
3.1.8.4 Massa específica aparente (MEA).....	74
3.1.8.5 Resistência a flexão em três pontos .....	75
<b>3.2 Abordagem teórica .....</b>	<b>76</b>
3.2.1 Modelos experimentais.....	76

3.2.2 Modelos analíticos .....	76
3.2.2.1 <i>Difusividade mássica</i> .....	76
3.2.2.2 <i>Difusividade térmica</i> .....	77
3.2.3 Grau de correlação dos modelos .....	78
3.2.4 Modelo em CFD .....	79
3.2.4.1 <i>Domínio computacional e malha</i> .....	79
3.2.4.2 <i>Transferência de massa</i> .....	80
3.2.4.3 <i>Transferência de calor</i> .....	81
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>83</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>83</b>
<b>4.1 Resultados experimentais</b> .....	<b>83</b>
4.1.1 Ensaio de caracterização dos materiais .....	83
4.1.1.1 <i>Análise granulométrica</i> .....	83
4.1.1.2 <i>Análise de fluorescência de raios X</i> .....	84
4.1.1.3 <i>Análise de difração de raios X</i> .....	86
4.1.1.4 <i>Análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA)</i> .....	87
4.1.2 Secagem .....	89
4.1.2.1 <i>Influência dos parâmetros sobre a umidade</i> .....	89
4.1.2.2 <i>Curvas de secagem</i> .....	92
4.1.3 Análise das propriedades físico-mecânicas pós-queima .....	94
4.1.3.1 <i>Análise da absorção de água</i> .....	94
4.1.3.2 <i>Porosidade aparente</i> .....	96
4.1.3.3 <i>Massa específica aparente</i> .....	97
4.1.3.4 <i>Retração linear pós-queima</i> .....	99
4.1.3.5 <i>Resistência a flexão em três pontos</i> .....	100
<b>4.2 Resultados teóricos</b> .....	<b>102</b>
4.2.1 Resultados dos modelos experimentais .....	102
4.2.2 Resultados dos modelos analíticos .....	109
4.2.2.1 <i>Difusividade mássica</i> .....	109
4.2.2.2 <i>Difusividade térmica</i> .....	113
4.2.3 Simulação (CFD) .....	116
4.2.3.1 <i>Transferência de massa</i> .....	117

<i>4.2.3.2 Transferência de calor</i> .....	119
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	122
<b>5 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	122
<b>5.1 Conclusões</b> .....	122
<b>5.2 Sugestões para futuras pesquisas</b> .....	123
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	124
<b>APÊNDICES</b> .....	135

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

Os problemas ambientais causados pela indústria da mineração têm despertado atenção no sentido de reaproveitamento. O beneficiamento de substâncias minerais produz em diferentes escalas rejeitos que, dependendo da natureza dos mesmos e do processo de beneficiamento empregado, podem gerar riscos ao meio ambiente (Biff e Silva, 2016). Por outro lado, os custos de disposição de rejeitos de forma ecologicamente correta são elevados, motivando a busca por alternativas tecnológicas viáveis para a disposição de rejeitos industriais, especialmente para os minerais, os quais, podem apresentar reatividade e ocuparem grande espaço físico.

Dentre as substâncias de origem mineral não metálico, destaca-se a diatomácea ou diatomita que, devido a suas características físico-químicas e alta atividade pozolânica, podem ser utilizada em diversos segmentos da indústria cerâmica e construção civil como isolante térmico e acústico e na indústria farmacêutica, como catalisador em reações químicas dentre outros. Mas sua principal utilização é como filtro devido sua formação semelhante a um favo de mel, sendo por isso empregada como agente filtrante de águas de piscinas, na clarificação e classificação de açúcar.

No Brasil, são beneficiados em média aproximadamente 3 mil toneladas de diatomita por ano (DNPM, 2014). Na industrialização do minério, as matérias-primas destinadas à produção de diatomita industrial necessitam de um adequado beneficiamento podendo segregar em até 20% de rejeitos minerais do montante beneficiado.

O crescimento da indústria cerâmica aumenta a demanda por materiais que geram benefícios econômicos, sociais e ambientais, e que ao mesmo tempo possam substituir de maneira eficiente e as matérias primas convencionais utilizadas, reduzindo desta forma os impactos ambientais causados pela mineração e, principalmente, atendam à necessidade dos consumidores.

Um item de singular importância no contexto deste cenário é o tijolo cerâmico maciço, muito utilizado nas mais diversas construções como paredes de vedação ou estruturais. O desenvolvimento de novas tecnologias para otimização do processo industrial nesta área tem sido objeto constante de estudos, em especial a etapa de secagem da cerâmica vermelha, uma

vez que nesse processo, tem-se a eliminação da maior quantidade de água e conseqüentemente maior retração.

A transferência de massa, ou seja, a eliminação da umidade em tijolos cerâmicos requer aplicações de variáveis do ar de secagem (temperatura, umidade relativa e velocidade) bem dimensionada, para assegurar uma boa compreensão em todo processo de secagem do material, pois a falta de um adequado controle destes pode gerar vários tipos de deformações durante a secagem de corpos úmidos: encolhimentos não uniforme, provocada pela transferência excessiva de massa, deformação plástica devido às tensões de gravidade e temperatura (Penkova, 2019). O encolhimento é um dos fatores mais importantes que afetam o comportamento de secagem de meios porosos como materiais argilosos.

O processo de queima vem após a secagem. Tem grande influência sobre a microestrutura e propriedades desejadas para o produto final. A etapa onde ocorre a consolidação do produto, ou seja, união das partículas em um agregado, durante a queima, é a sinterização, e implica geralmente em retração e densificação. Após a queima, as placas cerâmicas, costumam apresentar uma cor avermelhada e uma tensão de ruptura adequada para aplicação do produto a ser fabricado.

Neste contexto, é fundamental conhecer os efeitos da secagem, queima e o seu controle, uma vez que estes alteram as propriedades termo físicas e químicas do produto, e tais alterações afetam sensivelmente o processo de transferência de calor e massa.

Diante do exposto, este trabalho está relacionado com a incorporação do rejeito da diatomita na composição da massa de argila para cerâmica vermelha. O trabalho apresentará dados numéricos e experimentais, obtidos de uma análise criteriosa da secagem por meio de placas cerâmicas, além de analisar a retração pós queima e a resistência a flexão em 3 pontos. Os resultados estão direcionados, principalmente, para qualidade das placas cerâmicas, favorecendo a diminuição dos custos da indústria e a aceitação do produto em escala comercial.

## 1.1 Justificativa

Na fabricação de tijolos cerâmicos as matérias-primas argilosas possuem deficiências que podem ser amenizadas com a utilização de um material não plástico, como o rejeito de diatomita. As justificativas para este trabalho basearam-se nos possíveis benefícios da incorporação do rejeito de diatomita para um produto final de qualidade e com parâmetros técnicos compatíveis com as normas da ABNT, além da tentativa de minimização dos impactos ambientais da produção destes rejeitos.

Procurando situar o avanço atual deste trabalho dentro da linha de pesquisa de transferência de calor e massa, constatou-se que inúmeros trabalhos para descrever a secagem de sólidos foram publicados, contudo, escassos são os dados em relação a adição de rejeito de diatomita que levam em consideração fenômenos acoplados de transferência de calor, massa, encolhimento, queima e simulação.

Assim, verifica-se que diante da escassez de pesquisa em fenômenos de difusão aplicados a massas cerâmicas com adição de rejeitos de diatomita, esta pesquisa é incipiente, principalmente pela importância ao meio ambiente e a tecnologia que pode ser obtida a tal estudo.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 Objetivo geral

Estudar o comportamento de secagem e queima de placas cerâmicas com adição de rejeito de diatomita bem como sua caracterização.

### 1.2.2 Objetivos específicos

- Realizar a caracterização física, química, mineralógica e termogravimétrica da argila vermelha e do rejeito de diatomita;
- Desenvolver placas cerâmicas com diferentes porcentagem de rejeito de diatomita;
- Realizar experimento de secagem e queima das placas cerâmicas;

- Avaliar a melhor porcentagem entre 10, 20 e 30% de adição de rejeito de diatomita na formulação da massa cerâmica, sob o ponto de vista de propriedades físicas, químicas e mecânicas;
- Realizar a simulação computacional usando os modelos distribuídos para obtenção dos parâmetros de Newton, Page, Henderson e Pabis;
- Realizar a simulação computacional usando os modelos concentrados para obtenção dos parâmetros de difusividade;
- Comparar os resultados experimentais e numéricos, para as várias condições de secagem;
- Realizar a simulação em CFD para validar os modelos de difusividade mássica e térmica.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Cerâmica

A cerâmica é o material artificial mais antigo. Do grego *kéramos* ("terra queimada" ou "argila queimada"), mostrando que suas propriedades são atingidas através de um processo térmico de alta temperatura, sendo um material de grande resistência, muitas vezes encontrado em escavações arqueológicas (ANFACER, 2017).

As classes de materiais usualmente consideradas como cerâmicas são óxidos, nitretos, boretos, carbonetos, silicetos e sulfetos. Compostos intermetálicos tais como aluminetos e berílicos são também considerados cerâmicos, assim como os fosforetos, antimoniídeos e arsenetos (AVELINO, 2018).

##### 2.1.1 Materiais cerâmicos

Segundo Callister Junior e Rethwisch (2018), os materiais cerâmicos são materiais inorgânicos e não metálicos, onde a maioria das cerâmicas consiste em compostos que são formados entre elementos metálicos e elementos não-metálicos, para os quais as ligações interatômicas ou são totalmente iônicas ou são predominantemente iônicas com alguma natureza covalente.

As características mais comuns destes materiais são: resistência mecânica a altas temperaturas, eletricamente isolante ou semicondutores, com várias propriedades magnéticas e dielétricas e baixa tenacidade (KINGERY, 1976 *apud* ARAÚJO, 2011).

Os materiais cerâmicos são classificados como cerâmicos tradicionais e avançados. Os ditos tradicionais, são obtidos a partir de três componentes básicos, argila, sílica e feldspato, e incluem peças da indústria da construção civil e artefatos domésticos utilizados em nossa vida diária, e as chamadas cerâmicas avançadas ou especiais, são aquelas geralmente formadas por compostos puros, ou quase puros, tal como o óxido de alumínio (alumina –  $Al_2O_3$ ), óxido de zircônio (zircônia –  $ZrO_2$ ), o carboneto de silício (SiC) e o nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ) (BURKE, 1996; VLACK, 1973; BARSOUM, 2003). São peças que são submetidas a rigorosas condições

de trabalho, exigindo alto desempenho de suas propriedades como alta dureza, alta resistência ao desgaste, inércia química e alto ponto de fusão, entre outras (SOUSA, 2010).

Segundo a ABCERAM (2017), o setor cerâmico é vasto e diversificado, podendo assim dividi-lo em sub-setores ou segmentos em função de alguns fatores como matérias-primas, propriedades e áreas de utilização. O setor da cerâmica vermelha compreende materiais de cor avermelhada, conforme a classificação é adotada Tabela 2.1, onde ilustra os materiais cerâmicos presentes no segmento da construção civil. (Tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas).

**Tabela 2.1-** Classificação dos materiais cerâmicos

Cerâmica Vermelha
Materiais de revestimento
Materiais refratários
Louça sanitária
Isoladores elétricos de porcelana
Louça de mesa
Cerâmica artística (decorativa e utilitária)
Filtros cerâmicos de água para uso doméstico;
Cerâmica técnica
Isolantes térmicos

**Fonte:** Adaptado de Abceram (2017).

A cerâmica vermelha ou estrutural, compõe o setor dos minerais não metálicos da Indústria da Transformação Mineral, integrando as cadeias de produção do Complexo da Construção Civil (ABCERAM, 2017).

Segundo Correia et al. (2005), de acordo com o papel que os constituintes da cerâmica desempenham no decorrer do processamento e da forma como influenciam nas propriedades tecnológicas, os componentes da massa cerâmica podem ser: plásticos (ex. argilas), fundentes (p.ex. feldspato) e inertes (p.ex. quartzo). Ainda que os três exerçam funções no decorrer de todo o processo produtivo, os plásticos são cruciais na fase de conformação, enquanto os não plásticos (fundentes e inertes) contribuem especialmente durante o processo de queima.

O setor de cerâmica vermelha (ou cerâmica estrutural) é composto por um amplo número de indústrias com distintos níveis de desenvolvimento tecnológico e capacidades produtivas. Apesar de algumas grandes empresas despontarem no setor, ele tem caracterização de possuir um elevado número de pequenas e médias empresas, distribuídas ao longo de todo país. Em relação ao nível tecnológico, neste trabalho a atenção está voltada para o tipo tradicional, devido ao produto utilizado ser justamente o tijolo maciço.

A argila que é de coloração geralmente vermelha, podendo ser também castanha ou amarela, é caracterizada como cerâmica tradicional. Esse tipo de material possui um alto teor de ferro em sua composição mineralógica, sendo a secagem e queima a temperaturas de 110 °C e 950 °C, respectivamente (NASCIMENTO, 2002).

### 2.1.2 Propriedades

As propriedades dos materiais cerâmicos são determinadas pelas características atômicas e microestruturais dos materiais que os compõem. Estas características podem ser controladas pela seleção das matérias-primas, processo de fabricação e produto; é fundamental o controle para que os defeitos microestruturais sejam minimizados (REED, 1995).

Conforme Albuquerque (2000) e Silva (2009), as propriedades dos materiais cerâmicos são:

#### a) Propriedades termofísicas

- Massa específica aparente ( $\gamma$ ): é a razão entre o peso do corpo de prova seco e o volume aparente do corpo de prova (Paranhos, 2010). O aumento da massa específica aparente (ou densidade) durante a compactação é uma decorrência da deformação plástica dos grânulos que, ao se deformarem, passam a ocupar os espaços vazios que havia entre eles (Martins, 2014). Pode variar de: 1,9 a 2,1 t/m<sup>3</sup>;
- Umidade higroscópica de equilíbrio ( $\psi$ ): entre 0,5 a 1,0%;
- Absorção de água (AA): é definida como o ganho percentual de massa que tem o corpo de prova quando absorve o máximo de água. É um fator chave no efeito da durabilidade do tijolo, assim, a sua estrutura interna precisa ter uma superfície capaz de evitar a entrada de água (Martins, 2014). A menor infiltração de água nos tijolos determina maior durabilidade e resistência ao ambiente natural ao qual o material é exposto. (Babisk et. al., 2012). Na cerâmica vermelha os valores chegam da ordem de 20 a 25%;
- Calor específico (c): Aproximadamente 878,22 J/kg°C;
- Coeficiente de condutibilidade térmica ( $\lambda$ ): Em torno de 0,8364 W/m°C.

#### b) Propriedades mecânicas e elásticas

- Resistência a compressão: 2 MPa tijolos maciços;
- Resistência à tração na flexão: da ordem de 15 a 20% da resistência à tração;
- Módulo de deformabilidade longitudinal: Na faixa de 6000 a 60000 MPa, devido aos materiais cerâmicos serem essencialmente frágeis;
- Retração Linear: é a tendência que a argila tem em diminuir de volume pela perda de umidade por secagem e queima, quando ocorre a queima de um corpo cerâmico há uma nova redução de volume, relacionada à perda da água de constituição, e à redução ou eliminação dos poros (Cardoso, 1995). A qualidade de blocos cerâmicos pode ser garantida de acordo com o grau de retração de queima. Normalmente, uma boa qualidade de tijolo exibe um encolhimento inferior a 8% (Chih-Huang *et al.*, 2003).
- Coeficiente de Poisson:  $\nu$  0,20 a 0,30;
- Dureza superficial: particularmente importante à dureza nos pisos cerâmicos em geral é muito elevada, chegando 6 ou 7 na escala de Mohs (feldspato e quartzo).

### c) Características químicas

Os materiais cerâmicos apresentam em geral, um desempenho bem adequado frente à ação de agentes químicos, ao contrário, por exemplo, de metais, plásticos e concretos, sujeitos à diferentes mecanismos de degradação (corrosão, lixiviação, volatilização de componentes, entre outros). Esse comportamento é consequência da elasticidade química da cerâmica, ou seja, não há facilidade de reação entre seus componentes e outros elementos químicos (BRITO, 2016).

### 2.1.3 Matérias-primas utilizadas no processamento cerâmico

#### 2.1.3.1 Argila e argilominerais

As argilas comuns são as principais matérias-primas utilizadas no processo de fabricação de cerâmica vermelha, possuem alta plasticidade e são constituídas, principalmente, pelo grupo illita. Esta por sua vez se origina a partir de modificações de minerais da rocha de origem pela atuação da água das chuvas, auxiliadas pelos ácidos provenientes da decomposição de restos vegetais. A consequência dessa transformação é uma mistura de argilas, com minerais que não se alteram, como por exemplo, o quartzo, denominados argilas residuais ou primárias.

No entanto, a natureza continua agindo por meio da água das chuvas e desloca esses minerais formados para locais, às vezes, distantes milhares de quilômetros de onde foram originados. Durante esse transporte há uma seleção das partículas por tamanho, e os novos depósitos formados são considerados mais puros. Essas são as chamadas argilas transportadas, secundárias ou sedimentares (CHRISPIM et al., 2010).

De acordo com a ABNT, as argilas são compostas de partículas de diâmetro inferior a 0,005mm sendo que, quando misturadas com água, adquirem alta plasticidade, sendo facilmente moldada, e quando secas, formam torrões muito difíceis de serem desagregados pela pressão dos dedos. A argila de alta qualidade, conhecida como argila de porcelana ou caulim, tem empregos como a fabricação de papel, a indústria da borracha e a manufatura de refratários (SILVA, 2014).

Suas propriedades tecnológicas como granulometria, plasticidade e composição mineralógica, dentre outros fatores, determinam a qualidade das peças a serem fabricadas (Morais e Sposto, 2006). Uma das principais propriedades das argilas é a granulação, pois ela influencia não só nos processos de secagem e sinterização, como também nas propriedades finais dos corpos cerâmicos, tais como plasticidade, tensão e módulo de ruptura à flexão.

A composição mineralógica e a forma das partículas também são características muito importantes das argilas, pois elas também contribuem diretamente para a qualidade dos corpos cerâmicos. Outras propriedades como a cor, são largamente estudadas. A argila utilizada para fabricação da cerâmica vermelha pode ser encontrada em diversas cores como: verde, preta, vermelha, e marrom, (SANTOS, 1975).

Argilominerais, segundo o Comitê Internacional para estudos de argilas, são os minerais constituintes das argilas, geralmente cristalinos formados por silicatos de alumínio hidratados podendo conter outros elementos como magnésio, ferro, cálcio, potássio e outros; são hidrofílicos conferindo propriedade de plasticidade (propriedade de um material úmido sofrer deformação sem romper, ao ser aplicada uma tensão) (MURRAY, 2007). Desta forma, os argilominerais cristalinos podem ser divididos em duas classes: os silicatos de estrutura lamelar e os silicatos de estrutura fibrosa. Os silicatos de estrutura lamelar são divididos em duas famílias: a) que compreendem as camadas 1:1 que se inserem o grupo da caulinita, serpentina; e b) camadas 2:1 que se inserem o grupo das esmectitas, vermiculitas e micas.

A origem dos argilominerais é decorrente das misturas pela deterioração dos minerais das rochas pelo intemperismo químico, podendo-se afirmar que: a) quando a drenagem é boa, os alcalino-terrosos e os álcalis são lixiviados, à medida em que são liberados dos minerais, como Mg e o K, será formada a caulinita; b) caso a drenagem natural for deficiente, se os álcalis

e os alcalino-terrosos permanecerem no manto do intemperismo não lixiviados e a rocha for rica em potássio, as ilitas se formarão; c) quando a rocha é rica em magnésio ocorrerá a formação de montmorilonitas (PINHEIRO, 2003).

Graças aos argilominerais, as argilas na presença de água desenvolvem uma série de propriedades tais como: plasticidade, resistência mecânica a úmido, retração linear de secagem, compactação, tixotropia, e viscosidades de soluções aquosas que explicam sua grande variedade de aplicações tecnológicas (LEHMKUHL, 2004).

Embora as argilas se encontrem em quase toda a superfície terrestre, as suas propriedades variam de forma significativa consoante a zona onde são encontradas. Algumas podem ser utilizadas tal como são extraídas, enquanto outras devem ser purificadas e misturadas para se tornarem moldáveis (CHRISPIM et al., 2010).

Segundo Bauer (2019), as argilas também podem ser classificadas como gordas ou magras, de acordo com a quantidade de coloides. Assim, as argilas gordas são muito plásticas, e costumam deformar-se muito mais no cozimento devido a presença da alumina. Já as argilas magras, devido ao excesso de sílica, são mais porosas e frágeis.

#### 2.1.3.2 Tipos de argila

De acordo com Silva (2009), as argilas são classificadas em vários tipos:

- Argila natural: é extraída e limpa, e usada em seu estado natural sem a adição de outras substâncias.
- Argila refratária: é resistente ao calor e é usada nas massas cerâmicas para dar maior plasticidade e resistência em altas temperaturas, sendo muito aplicadas na produção de placas refratárias que atuam como isolantes e revestimentos para fornos. Geralmente possuem alguma proporção de ferro e se encontram associadas com os depósitos de carvão;
- Caulim ou argila da china: argila primária, utilizada na fabricação de massas para porcelanas, possui coloração branca, funde-se à 1800°C e é pouco plástica, devendo ser moldada em formas;
- Argilas de bola (*Ball Clay*): são argilas secundárias muito plásticas, de cor azulada ou negra, apresentando alto grau de contração tanto na secagem quanto na queima. Vittrifica à 1300°C.

- Argilas para grés: é uma argila de grão fino, plástica, sedimentária e refratária. Vitrificam entre 1250 e 1300°C. O feldspato atua como material fundente e após a queima sua coloração varia do vermelho escuro ao rosado e até mesmo, acinzentado do claro ao escuro;
- Argilas vermelhas: são argilas plásticas com alto teor de ferro e sua coloração é avermelhada escuro quando úmida chegando quase ao marrom. Resistem a temperaturas de até 1100°C;
- Bentonita: argila vulcânica muito plástica e pode aumentar entre 10 e 15 vezes seu volume ao entrar em contato com a água e funde-se por volta de 1200°C;
- Argilas expandidas: são produzidas em grandes fornos rotativos, se expandindo a altas temperaturas (1100°C). Suas principais características são: leveza, resistência mecânica, inércia química (ambientes ácidos e alcalinos), estabilidade dimensional, incombustibilidade, além de possuírem excelentes propriedades de isolamento térmico e acústico.

#### 2.1.4 Aproveitamento de rejeitos minerais na cerâmica vermelha

No decorrer dos anos, a indústria de cerâmica vermelha vem sendo amplamente utilizada para o aproveitamento de resíduos. A matéria prima da produção de cerâmica vermelha é a argila, um material formado naturalmente e por isto está sujeito a variações em sua composição químico-mineralógica. É esta variação que permite outras matérias-primas, de diferentes composições, serem incorporados na massa cerâmica, bem como maior amplitude de desempenho técnico aceitável (NICOLITE, 2017).

As massas cerâmicas utilizadas na fabricação de cerâmicas vermelhas são de natureza bastante heterogênea, sendo constituídas normalmente por misturas de diferentes minerais, com diferentes fases cristalinas, como é o caso das argilas. Por esse motivo, essas massas tem a capacidade de aceitar em suas formulações quantidades, mesmo significativas, de rejeitos dos mais variados (DIAS, 2013).

Como massas argilosas têm elevada capacidade de incorporação de resíduos sem que haja detrimento das propriedades tecnológicas do produto final, em países como o Brasil, que possuem grandes reservas de argila, a incorporação em cerâmica vermelha se mostra como uma boa alternativa para o reaproveitamento de resíduos industriais (MONTEIRO; VIEIRA, 2014). Ainda deve-se ressaltar que os processos de fabricação desse tipo de produto normalmente não

necessitam de alterações significativas quando são adicionados resíduos às formulações (RODRIGUES et al., 2019).

A incorporação de rejeitos minerais em cerâmica vermelha tem a vantagem de reduzir os danos ao meio ambiente e custos relacionados à disposição em aterros, bem como redução na extração de matéria-prima argilosa. Alguns estudos já demonstraram a potencialidade da incorporação de diatomita em massas argilosas.

Apesar das possíveis vantagens da adição de resíduos nas massas cerâmicas, é sempre importante avaliar as consequências no processo. No caso de produtos cerâmicos tradicionais por exemplo, a adição dessas novas matérias-primas - os rejeitos minerais- podem afetar todas as etapas do processo de fabricação (conformação, secagem e queima) e pode ter efeitos importantes nas propriedades dos produtos finais, tais como a resistência mecânica, o aspecto final, a cor, a porosidade e a absorção de água. Também deve ser levada em conta a composição de cada resíduos, já que muitos deles podem conter elementos perigosos como composto orgânicos ou metais pesados (Pb, Cr, Cu, Cd, e Hg), sendo necessário a comprovação da inertização desses elementos na matriz cerâmica.

Os resíduos dos processos de mineração possuem, em geral, forma pulverulenta, o que diminui a necessidade de processos prévios de cominuição do material, gerando uma economia no processamento cerâmico. Além disso, comumente tais resíduos são redutores da plasticidade e possíveis agentes formadores de fase vítrea (MENEZES et al., 2002). Geralmente esses resíduos são classificados como inertes ou não perigosos, sendo a sua forma de gestão mais usual, até o presente, a deposição em aterros controlados.

Dentre os minerais disponíveis que podem ser utilizados na formulação de massa cerâmicas, por possuírem boas características físico-químico encontra-se o rejeito de diatomita, resultante do processo de beneficiamento da produção da diatomita.

## **2.2 Terra diatomácea ou diatomita**

### **2.2.1 Origem no Brasil**

A produção de Diatomita no Brasil iniciou em 1937, no estado de Pernambuco, onde se encontram depósitos a uma profundidade média de 2 metros em toda a orla marítima e terrenos de formação lacustre de água doce (GOULART et al., 2010). Esses depósitos de diatomita datam da era cenozoica, a partir do período terciário (SOUZA, 1973 apud FRANÇA et al.,

2008) estendendo-se nos estados do Ceará, Rio Grande de Norte, Bahia entre outros (FRANÇA et al., 2008).

#### *2.2.1.1 Definição e composição*

Terra diatomácea é um sedimento amorfo, originado a partir de frústulas ou carapaças de organismos unicelulares vegetais tais como algas microscópicas aquáticas, marinhas e lacustres. Por apresentarem natureza silicosa, as frústulas desenvolvem-se indefinidamente nas camadas geológicas da crosta terrestre (ANDRADE et al., 2001). Além disso, este material é constituído principalmente por sílica opalina (58 até 91%) e impurezas tais como argilominerais, matéria orgânica, hidróxidos, areia quartzosa e carbonatos de cálcio e de magnésio. A maioria das diatomáceas apresenta tamanho entre 4 e 500  $\mu\text{m}$ , bem como existem em mais de 12 mil espécies diferentes. As terras diatomáceas são materiais altamente porosos, leves, baixa massa específica aparente, elevada área superficial e quimicamente estáveis e inertes e cuja coloração varia do branco ao cinza escuro, dependendo do teor de matéria orgânica e oxido de ferro existente (DEGIRMENCI; YILMAZ, 2009).

#### *2.2.1.2 Propriedades*

A diatomita apresenta diversas propriedades físico-química, que permitem a sua utilização em diversos campos agregando-lhe um valor comercial elevado, podendo estar relacionadas à sua estrutura morfológica como a textura, ao empacotamento, a natureza da superfície de sílica e impurezas sólidas (SHENG et al., 2012). Entre essas propriedades, têm-se as apresentadas na Tabela 2.2.

**Tabela 2.2** - Propriedades físico-químicas da diatomita

Aspecto macroscópico	Rocha pulverulenta, fina e porosa, com aspecto margoso.
Cor	Cor geralmente branco brilhante (nesse caso de alta pureza); creme; branco (calcinado com fundente); rosa (calcinação); cinza (sem calcinar)
Porosidade	Porosidade (meso e/ou macroporos): é da ordem de 80 a 90% para o material acamado sem compressão.
Alta Permeabilidade	Devido ao enlaçamento individual existente na diatomácea e também o fluxo de fluidos permitidos pela poros e canais extremamente finos no material.
Baixa condutividade térmica	Característicos de materiais com elevada porosidade. Na ordem de 0,49 a 0,77 kcal (h.cm.°C).
Dureza	Apresenta uma abrasividade razoável de 5,5 a 6,6 mohs
Densidade aparente	0,20 a 0,50 g/cm <sup>3</sup>
Densidade real	0,19 a 0,22 g/cm <sup>3</sup>
Umidade	Varia entre 10 até 60 %

**Fonte:** Sheng et al., 2016

### 2.2.1.3 Processo de beneficiamento

Durante sua formação, a diatomita se mistura com outros minerais formando impurezas em sua estrutura, característico de um sólido sedimentar. Suas propriedades podem ser afetadas pela quantidade de impurezas presentes (YE et al., 2015).

A diatomita comercial passa por etapas de processamento para a retirada dessas impurezas. O processo de beneficiamento da diatomita é iniciado a partir da lavra, que é a extração do material a céu aberto. Segundo Breese (1994), a diatomita crua (*in natura*) tem uma umidade que varia de 30 a 60 %, como mostra a (Figura 2.1), depositado para secagem ao sol, etapa que deverá ser realizado antes de submetê-la ao tratamento térmico e ao processamento, de forma a reduzir o custo de produção e, principalmente, remover parte da matéria orgânica e da vegetação.

**Figura 2.1**-Mina de diatomita



Fonte: Nascimento (2013).

O material é recolhido em depósitos para tanques de decantação feitos de madeira, onde se separa a argila da diatomita e, posteriormente, é feita a secagem / moagem. Na sequência é realizada a separação da matéria orgânica presente na diatomita como argilas cinzas, sal, esporos, detritos orgânicos, metais pesados e outros contaminantes ambientais estejam ausentes do produto final, reduzindo o tamanho das partículas.

A secagem e moagem são realizadas simultaneamente e as partículas suspensas de diatomita são transportadas em um fluxo de gases quentes. Os secadores são para reduzir a umidade em até 15%. A diatomita é calcinada, durante 24 horas, com variáveis de temperaturas de 800 a 1200 °C (FRANÇA et al., 2008). Após o processo de calcinação, o material apresenta sua coloração como mostra a Figura 2.2.

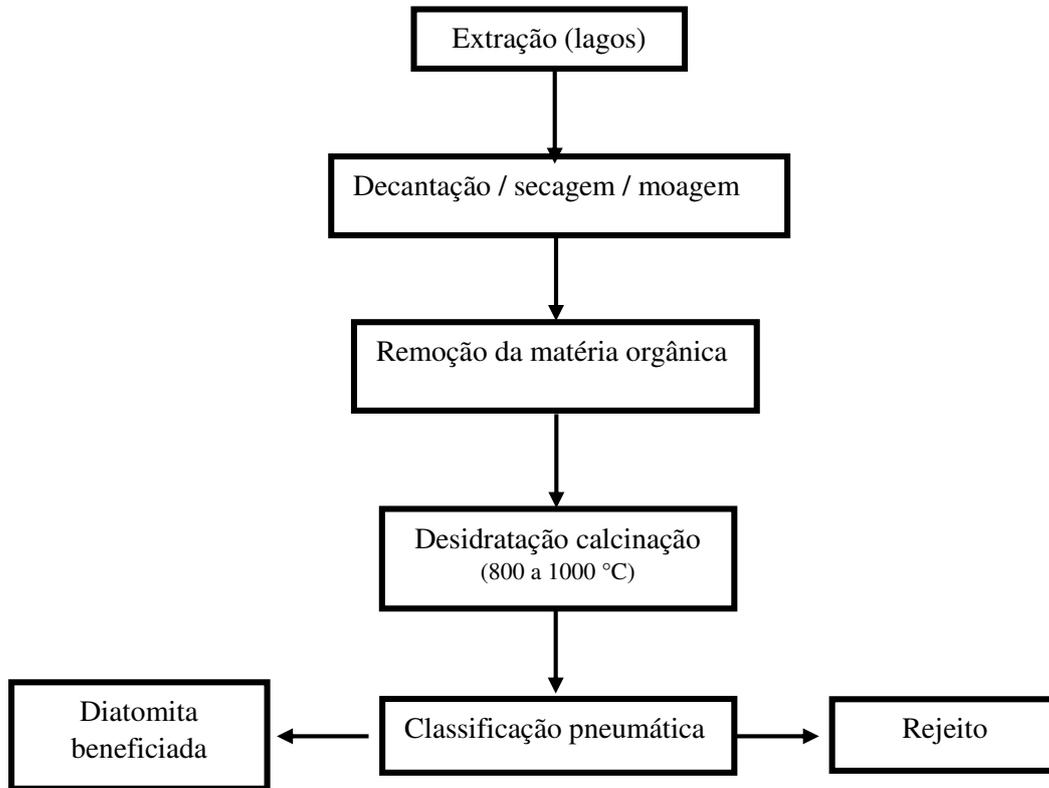
**Figura 2.2** - Diatomita calcinada



A diatomita calcinada, proveniente do forno, passa por um resfriador cilíndrico, caindo em um ventilador para ser desagregada e segue para a etapa de classificação pneumática, onde

é classificada de acordo com as especificações do mercado, ou seja, separar o material em vários tamanhos e remoção de impurezas. A Figura 2.3 mostra o fluxograma do processo industrial da diatomita.

**Figura 2.3** - Fluxograma do processo industrial da diatomita.



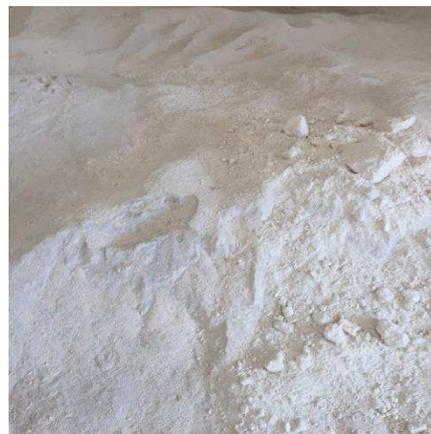
O rejeito gerado ao final do beneficiamento, devido as contaminações da jazida, é um material que não atende as características desejadas, sendo descartado no meio ambiente. Na Figura 2.4 a, observa-se o momento em que ocorre a separação da diatomita pura do rejeito e na Figura 2.4.b o rejeito já descartado.

**Figura 2.4** - a) Classificação pneumática do rejeito e diatomita calcinada; b) Rejeito descartado após processo final

a)



b)



#### 2.2.1.4 Utilização da diatomita em materiais cerâmicos

A composição química e a estrutura porosa das carapaças de algas diatomáceas conferem a diatomita um valor comercial não encontrado em outros materiais particulados, além disso, quando ela é processada tem estabilidade química (NASCIMENTO, 2013). As propriedades da diatomita permitem sua utilização em diversos campos de aplicação: como isolante térmico e acústico; na produção da indústria farmacêutica; como absorvente em inseticidas, fungicidas, pilhas, dinamite etc.; como catalisador em reações químicas; na agricultura como inseticida, pois absorve a película protetora dos insetos deixando-os desidratados causando sua morte e ainda, auxiliando na aeração do solo; na construção civil através dos tijolos diatomitos; dentre outros como tintas, plásticos, cimentos etc. Mas sua principal utilização é como filtro devido sua formação semelhante a um favo de mel, sendo por isso empregada como agente filtrante de águas de piscinas, na clarificação e classificação de açúcar, produção de sucos de frutas, bebidas alcoólicas (como vinho e cerveja), ácidos, compostos de petróleo, vernizes, ceras, graxas, resinas, tintas, medicamentos, óleos vegetais, minerais e animais, xaropes, processamento de óleos lubrificantes etc. (GOULARD, 2010).

Alguns autores estudaram a cinética e o desenvolvimento microestrutural das cerâmicas preparadas com diatomita caracterizando a porosidade do produto final (ZHANG; LIU, 2005). Segundo Mymrine et al. (2013), estudaram o uso de terra diatomácea da filtração de óleo e resíduos galvânicos na fabricação de cerâmica vermelha, obtendo produtos que respeitem o ambiente, com alta resistência à flexão, baixos níveis de lixiviação e custos de produção inferiores aos dos materiais tradicionais. Lin e Chang (2013) investigaram a capacidade de retenção de cerâmica porosa adsorventes preparados com a adição de resíduos de diatomáceas

e cinzas volantes de usinas termelétricas, obtendo materiais com propriedades de adsorção e retenção otimizadas e melhor desempenho térmico propriedades devido à estrutura porosa formada.

Macedo et al. (2020) estudaram a adição de diatomita na produção de concreto concluindo que a diatomita estudada foi considerada pozolânica, apresentando um índice de 650 mg de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  / g de diatomita, em que a sílica ativa reagiu com o hidróxido de cálcio presente no cimento, formando silicatos hidratados e gismondina, aumentando a força compressiva do concreto. Os autores concluíram ainda que a adição da diatomita ao concreto, apesar de ter uma microestrutura porosa, não alterou significativamente a porosidade e absorção de água no concreto e a diatomita estudada melhorou as propriedades físicas e mecânicas do concreto, sendo melhores os resultados obtidos para o concreto formulado com uma adição de diatomita de 10% em peso.

Devido à sua baixa condutividade térmica, a diatomita poderia ser usado em tijolos e outros produtos para isolamento térmico e acústico. Ünal et al. (2007) estudaram as propriedades físico mecânicas do concreto leve produzido com diatomito como agregado leve. Os resultados do teste indicaram que o concreto leve poderia ser usado na construção para obter alto isolamento e reduzir a carga morta de construção. Uygunoğlu e Ünal (2005) também investigaram as propriedades do elemento de bloco leve produzido com diatomita como elemento dividido para reduzir a carga morta de construção.

Segundo Galán-Arboledas (2017), os resíduos de terra diatomácea de dois processos industriais, refino de óleos vegetais e fabricação de cerveja, têm sido utilizados como matéria-prima para a fabricação de tijolos. O objetivo foi substituir parte do argila tradicionalmente utilizada para a fabricação de tijolos, entre 3 e 10% em peso, com os resíduos, obtendo assim peças cerâmicas a três temperaturas de queima: 850, 950 e 1050 °C. No estudo as propriedades foram comparadas com as de materiais convencionais (100% argila), e os resultados mostraram que estas matérias-primas alternativas podem ser consideradas "nutrientes" tecnológicos cuja adição melhora o comportamento dos materiais no processo de secagem. A incorporação desses materiais também aumenta a porosidade aberta das peças queimadas e reduz a densidade aparente em até 10%. O aumento da porosidade foi maior em materiais que incorporaram a diatomita da filtração de óleo, atingindo o valor máximo (37 % vol.). No que diz respeito à propriedade mecânica o autor concluiu que, aumentando o conteúdo de ambos os resíduos geralmente a resistência à flexão diminui para valores até 10 MPa, resultando assim admissível para uso na construção.

## 2.3 Tijolos maciços

De acordo com a ABNT, os tijolos maciços possuem todas as faces plenas de material, podendo apresentar rebaixos de fabricação em uma das faces de maior área (Figura 2.5). Eles devem ser produzidos de acordo com a norma NBR 15270 (ABNT, 2017).

**Figura 2.5-** Tijolo maciços empilhados



**Fonte:** <https://pt.wikipedia.org/wiki/Tijolo>.

### 2.3.1 Fabricação e tratamento

O tratamento da matéria prima (argila) compreende todos os processos de depuração, divisão, homogeneização e obtenção da umidade adequada da matéria prima, sendo a moldagem uma operação efetivada com o intuito de fornecer a forma desejada a massa cerâmica (Bauer, 2019; Neves, 1998). Existem quatro processos básicos de moldagem que são:

- Moldagem com massa plástica consistente;
- Moldagem com massa plástica mole;
- Moldagem com massa fluida a seco ou semi-seco.

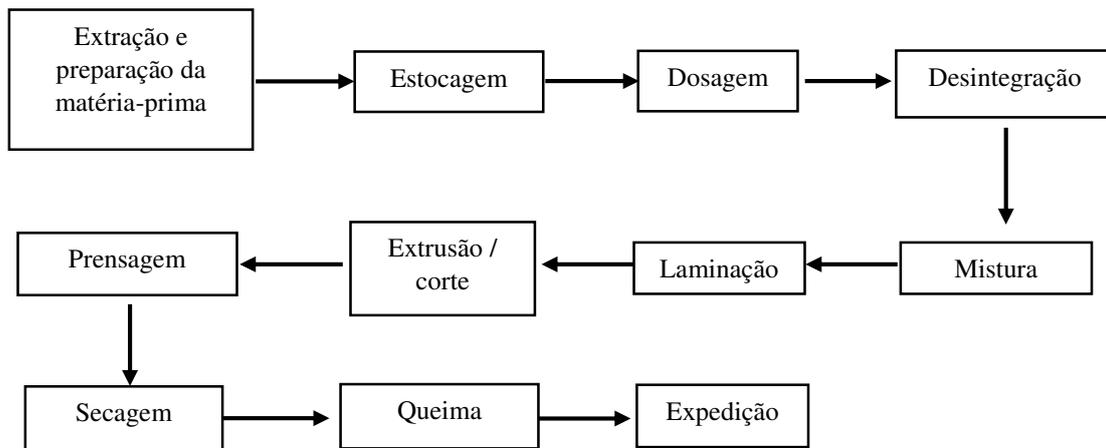
Após a moldagem, a peça cerâmica úmida como, por exemplo, tijolo cerâmico passa por um processo de secagem com o intuito de reduzir o teor de umidade da mesma, para posteriormente ser submetido ao processo de queima.

### 2.3.2 Processo produtivo da cerâmica vermelha

O processo de produção pelo qual passa as peças da cerâmica tradicional até que se obtenha o produto em sua forma final é composto pelas seguintes etapas, extração da argila nas

jazidas, preparação da massa, conformação das peças, secagem e queima para que, posteriormente, ocorra a estocagem e/ou transporte para o consumidor (Medeiros *et al.*, 2014). No fluxograma da Figura 2.6 está representado de forma genérica, o processo global de fabricação da cerâmica vermelha, havendo pequenas variações, de acordo com características particulares de cada matéria-prima ou produto final (SILVA, 2009).

**Figura 2.6** - Fluxograma do processo produtivo de cerâmica vermelha



A etapa de conformação é de fundamental importância para o processo cerâmico, uma vez que é nesta etapa que o material adquire a forma e as características estruturais que se deseja alcançar. Dependendo do tipo de produto que se deseja fabricar, um tipo de processo de conformação é escolhido para tal objetivo. Como o processo de conformação apresenta grande influência nas características do produto acabado, este deve ser devidamente controlado, pois as variáveis do equipamento e as matérias-primas podem contribuir nas características do produto final. Os processos mais comuns de conformação existentes são por colagem, prensagem a seco e extrusão (CUSTÓDIO *et al.*, 2012).

A prensagem é a operação de conformação baseada na compactação de um pó granulado ou massa contida no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão (PEDROTI, 2011). A matriz utilizada tem a forma da peça pretendida, ficando esta com um aspecto praticamente definitivo após a compactação, e uma resistência mecânica tal, que permite suportar os tratamentos seguintes. Este processo é de elevada produtividade, de fácil automatização e bastante versátil, uma vez que é possível a produção de peças de vários tamanhos e formas, que não apresentam retração significativa durante a secagem e por isso, a variação dimensional nessa operação é baixa (FREITAS *et al.*, 2009).

Durante a secagem de cerâmicas ocorre o processo de encolhimento das mesmas. Existe pouca literatura levando em consideração os efeitos deste encolhimento no processo e suas consequências, mas existem indícios de que ocorre uma retração linear da ordem de 5 % (MUJUMDAR, 2006) e que pode afetar o coeficiente de transporte convectivo de calor em até 50% para altas temperaturas do ar de secagem (RAHMAN; KUMAR, 2006).

O processo de queima vem após a secagem dos corpos e tem grande influência sobre a microestrutura e propriedades desejadas para o produto final. É executado em três etapas distintas: reações preliminares, sinterização e resfriamento (REED, 1995). A etapa onde ocorre a consolidação do produto, ou seja, união das partículas em um agregado, durante a queima, é a sinterização, e implica geralmente em retração e densificação. Após a queima, as placas cerâmicas, costumam apresentar uma cor avermelhada e uma tensão de ruptura adequada para aplicação do produto a ser fabricado.

Segundo Bauer (2019) a principal etapa da fabricação dos materiais cerâmicos é a sinterização, pois é durante a queima que acontecem várias reações químicas e físicas, sendo algumas rápidas, outras mais lentas, algumas que se completam, outras que devem ser evitadas, algumas que ocorrem no início do processo, e outras ao final. Muitas variáveis podem influenciar nessa etapa, por isso, além da temperatura alcançada, fatores como velocidade de aquecimento e de resfriamento, atmosfera ambiente e tipo de forno utilizado também influenciam diretamente na etapa de sinterização. Assim como na secagem, deve existir uma uniformidade de calor no forno para que umas peças não fiquem mais ou menos queimadas que as outras, resultando assim em uma boa sinterização (CARGNIN et al., 2017).

Na cerâmica vermelha estima-se uma perda entre 3 e 5% de sua produção total, percentual formado de produtos cerâmicos quebrados e com algum defeito no pós-queima que não são comercializados. É importante ressaltar que a maior parte dos resíduos gerados no processo pós queima não são reaproveitados, tornando-se empecilho para manuseio, além de custos com sua deposição final em aterro (VASCONCELOS, 2009).

A sinterização é um processo que tem como objetivo diminuir a porosidade dos corpos cerâmicos removendo os espaços vazios entre as partículas e fazendo com que haja uma retração da peça. Por isso, após a sinterização são esperados corpos com maior resistência mecânica e menores níveis de absorção de água.

Terminada a queima, há a necessidade de que o resfriamento das peças se dê paulatinamente, durante, pelo menos, o mesmo tempo de duração do processo de queima. Só após a temperatura baixar até cerca de 200 °C, é que se poderá entreabrir a porta do forno. Passada

algumas horas, até a temperatura interna do forno fica aproximadamente igual a temperatura ambiente, pode-se, então, iniciar a retirada das peças que, mesmo assim, ainda estarão bem quentes.

O resfriamento é uma parte bastante importante da queima, um resfriamento muito rápido pode provocar trincas, devido a choques térmicos, e um muito lento pode fazer com que o material fundido se cristalice (GOMES, 2005).

A expedição é a fase final do processo produtivo e, segundo Silva (2009), pode ser subdividida nas etapas:

- Inspeção: é feita na saída do forno, rejeitando material quebrado, trincado, lascado ou queimado em excesso;
- Armazenamento: é feito em área coberta, permanecendo no local até o carregamento para expedição;
- Entrega ao cliente: efetuada através de caminhões por via rodoviária.

## **2.4 Secagem: materiais cerâmicos**

Segundo Fioreze (2004) e Almeida (2003), a secagem de um produto qualquer é um processo termodinâmico que está relacionado a duas etapas principais e simultâneas, sendo uma delas a troca de energia por condução, convecção e/ou radiação, podendo também ser uma combinação desses processos. A segunda etapa caracteriza-se com a mudança de estado da água líquida para vapor, e sua retirada para o meio ambiente. Caso aconteça de um ou outro processo de transferência de calor influenciar na secagem, somente a velocidade de transferência será alterada, no entanto seus princípios obedecem as mesmas leis da física.

A secagem é definida como a aplicação de calor com condições controladas para remover, por evaporação, a maior parte da água normalmente presente em um material ou alimento, ocorrendo simultaneamente transferência de calor e de massa (LUIZ, 2012).

O transporte de umidade, do interior para a superfície do material pode ocorrer na forma líquida e/ou vapor, dependendo do tipo do produto e do percentual de umidade presente. O controle do processo de desumidificação e o conhecimento do mecanismo do movimento de umidade são fundamentais, uma vez que com dados de simulação e/ou experimental, pode-se obter condições ótimas no processo, minimizando as perdas do produto e o consumo de energia (ALMEIDA, 2003; ALMEIDA, 2009; SILVA, 2009).

É, geralmente, uma etapa delicada e complexa no processo de fabricação de materiais cerâmicos, uma vez que é comum, nestes casos, ocorrerem defeitos que serão visíveis nas peças após a sua queima, etapa posterior do processo.

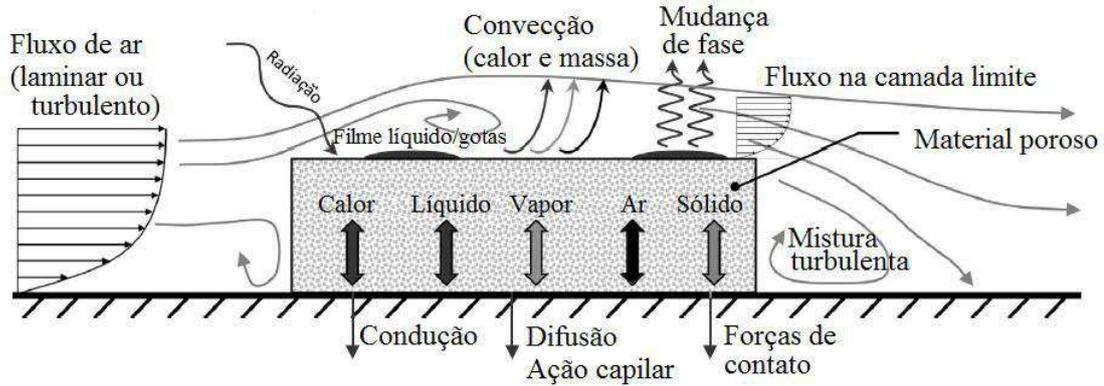
A etapa de secagem tem por objetivo eliminar a água utilizada na etapa de conformação, necessária para a obtenção de uma massa plástica (VIEIRA, 2003). Existem vários processos de secagem de produtos cerâmicos, são eles: Secagem Natural ou Secagem ao ar livre, secadores de fornos e secador de câmara.

Nos estudos de Silva *et al.* (2013) foi reportado que durante a etapa de secagem dos materiais cerâmicos surgem elevados gradientes de umidade e temperatura no interior do sólido. Com isso, simultaneamente, são geradas tensões térmicas e hídricas, que podem causar defeitos irreversíveis na peça produzida, diminuindo a produtividade do processo e aumentando custos operacionais. Neste contexto, é fundamental conhecer os efeitos da secagem e o seu controle, uma vez que estes alteram as propriedades físicas e químicas do produto, e tais alterações afetam sensivelmente o processo de transferência de calor e massa.

Do ponto de vista técnico científico, o processo de secagem envolve calor e vários mecanismos de transferência de massa. No entanto, o movimento de água no interior do produto é geralmente considerado o fator de controle, muitas vezes descrito por um mecanismo de difusão com base na segunda lei de Fick (PUYATE; LAWRENCE, 2006; ARRIECHE *et al.*, 2009). Tal mecanismo de difusão vem ganhando a preferência de diversos pesquisadores na área de secagem (FARIAS *et al.*, 2010).

Fenômenos como a transferência de calor, massa e momentum ocorrem dentro e fora do material, como apresentados na (Figura 2.7). A transferência de calor do meio externo para a amostra pode ocorrer por convecção, radiação (solar e infravermelho) e por condução (via contato com o sólido), podendo causar a mudança de fase (calor latente de vaporização). A transferência de massa se dá por difusão, por ação capilar ou por mudança de fase (evaporação). As partículas de água se desprendem da superfície do sólido e se movem para o ar via convecção. Por envolver os referidos fenômenos, diversas mudanças no material ocorrem durante seu processo de secagem, as quais podem ser físicas, químicas e/ou biológicas, a depender do material em estudo (DEFRAEYE, 2014).

**Figura 2.7-** Processos de troca na secagem de materiais



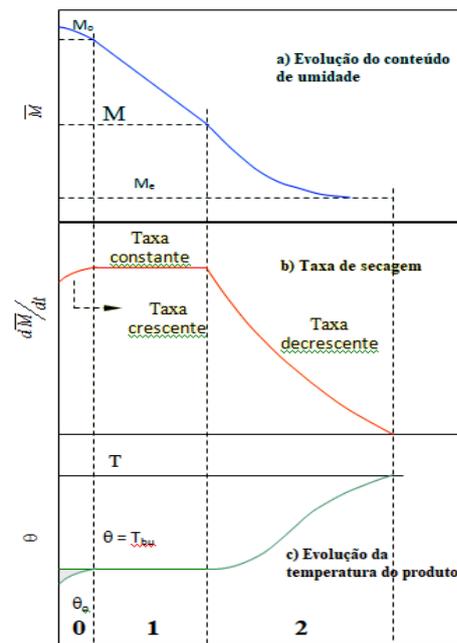
**Fonte:** Adaptado de Defraeye (2014).

Assim, o desenvolvimento do modelo matemático para o processo de secagem é crucial, pois permite aos engenheiros de projeto não apenas escolher as condições de operação mais adequadas necessárias para a secagem efetiva, mas também dimensionar o equipamento de secagem de acordo com os parâmetros de operação desejados (ARAÚJO, 2019).

#### 2.4.1 Curvas características do processo de secagem

A transferência de calor e massa entre o sólido e o ar de secagem é um fenômeno associado a qualquer condição de secagem. Portanto, como ilustra a (Figura 2.8), o processo de desidratação em materiais apresenta as três etapas clássicas de secagem (ANOSTI JUNIOR et al., 1999).

**Figura 2.8** - Curvas típicas de secagem



Fonte: Adaptado de Arnosti Junior et al. (1999).

A curva (a) representa a diminuição do teor de água do produto durante a secagem, ou seja, é a curva obtida pesando-se o produto durante o processo, numa determinada condição de secagem. O fato de o produto atingir, ou não, durante o processo de secagem, a umidade de equilíbrio, em determinadas condições experimentais é importante para que o produto não retroceda à sua humidade inicial durante o período de armazenagem. Este fenómeno ocorre devido à relação entre pressão de vapor de água do material biológico e a pressão de vapor de água do ar ambiente. Quando a pressão de vapor no material for menor que a do ar, este tende a absorver umidade (absorção), caso contrário o material perde humidade para o meio circundante (desorção). Quando a pressão de vapor do material iguala a do ar alcança-se um equilíbrio higroscópico e deixa de existir troca de água (PARK et al., 2007; PINHO et al., 2008; MUJUMDAR, 2009; AZEVEDO et al., 2010).

A curva (b) representa a velocidade de secagem do produto, taxa de variação do conteúdo de umidade do produto por tempo,  $dX/dt$ , isto é, é a curva obtida diferenciando a curva (a).

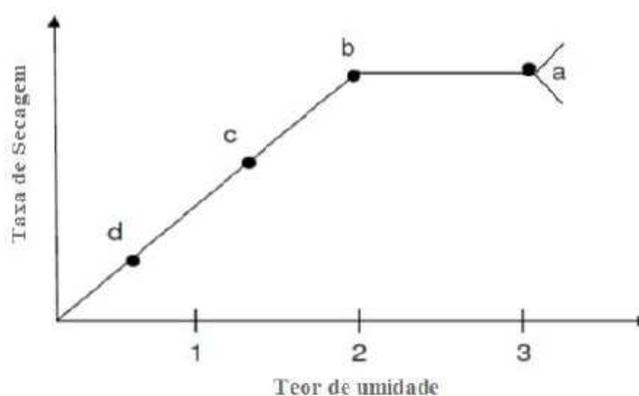
A curva (c) representa a variação da temperatura do produto durante a secagem e pode ser obtida medindo-se a temperatura do produto durante a secagem.

Esses podem ser divididos em três períodos (DIAS, 2013), conforme apresentado na Figura 2.8.

- O primeiro período (0): representa o início da secagem ou o período de ajuste/ indução. Nesse período ocorre uma elevação gradual da temperatura do produto e da pressão de vapor de água. Essas elevações têm prosseguimento até o ponto em que a transferência de calor seja equivalente à transferência de massa (água).
- O segundo período (1): caracteriza-se pela taxa constante de secagem. A água evaporada é a água livre. Neste período, a migração da água do interior até a superfície do produto é suficiente para acompanhar a perda por evaporação de água na superfície. A transferência de massa e de calor são equivalentes e, portanto, a velocidade de secagem é constante. Enquanto houver massa de água na superfície do produto suficiente para acompanhar a evaporação, a taxa de secagem será constante. A temperatura do produto, por sua vez, é também constante e é igual à temperatura de bulbo úmido.
- No terceiro período (2), a taxa de secagem é decrescente. A quantidade de água presente na superfície do produto é menor, reduzindo-se, portanto, a transferência de massa. A transferência de calor não é compensada pela transferência de massa; o fator limitante nessa fase é a redução da migração de umidade do interior para a superfície do produto. A temperatura do produto aumenta, atingindo a temperatura do ar de secagem. Quando o produto atinge o ponto de umidade de equilíbrio em relação ao ar de secagem, o processo é encerrado (DIAS, 2013).

Segundo Foust et al. (1982), a taxa de secagem, ou seja, a velocidade com que o material é secado diminui com o decréscimo do teor de umidade, isto é, ao longo da secagem a perda de umidade vai se tornando mais lenta. Este comportamento é descrito pela (Figura 2.9), a partir da qual podem ser feitas as observações seguintes sobre a taxa de secagem:

**Figura 2.9** - Taxa de secagem em função do teor de umidade em processos de secagem de materiais.



**Fonte:** Adaptado de Silva (2009).

- No segmento AB: a taxa de secagem pode ser crescente ou decrescente. A superfície do sólido está totalmente molhada, justificando o fato da temperatura da superfície ser igual à temperatura de bulbo úmido do meio secante.
- No segmento BC: a taxa de secagem passa a ser constante e toda a superfície do sólido permanece saturada de água. A temperatura da superfície continua sendo a temperatura de bulbo úmido. A taxa de difusão de vapor de água através do filme estacionário de ar ao redor do material cresce com a velocidade do ar, devido à elevação do coeficiente de transferência de calor por convecção, e diminui com o aumento da espessura do filme de ar em torno do material. Fortes e Okos (1980) afirmam que a magnitude do período de taxa constante depende dos coeficientes de transferência de calor e massa, da área exposta no meio de secagem, da geometria e das diferenças de temperatura e umidade entre a corrente gasosa e a superfície molhada do sólido.
- No segmento CD: a secagem entra no primeiro período de taxa decrescente. A velocidade do movimento do líquido no interior do sólido para a superfície é menor do que a velocidade da superfície para o meio externo. As primeiras bolsas de ar começam a se formar, ocupando a região que pertenceu à umidade.
- No ponto D: a superfície não está mais saturada.
- No segmento DE: a secagem entra no segundo período de taxa decrescente. Toda a evaporação ocorre a partir do interior do sólido. A pressão de vapor de água na superfície do material diminui até o momento em que se iguala à pressão de vapor no gás secante afluyente, atingindo a umidade de equilíbrio ( $M_e$ ), onde o montante de água que evapora é igual ao montante que condensa.

A Tabela 2.3 apresenta um resumo das três etapas presentes no processo de secagem, fenômeno dominante e variáveis dominantes, elaborada a partir das informações coletadas na literatura e apresentadas nesta seção.

Tabela 2.3 - Etapas do processo de secagem

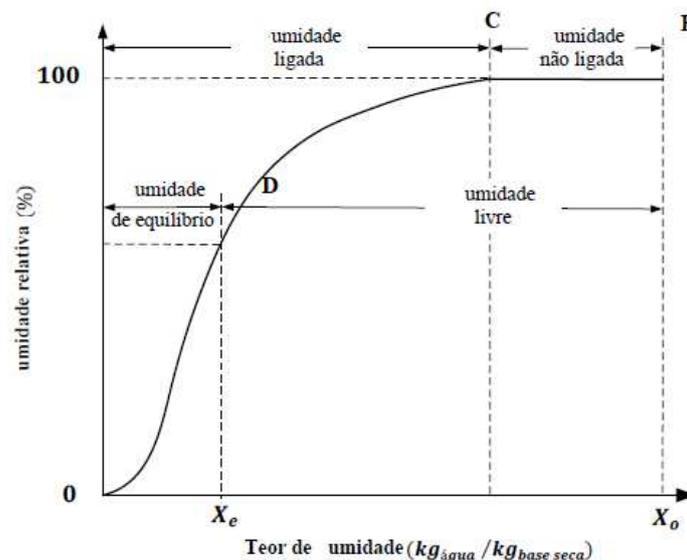
Etapa	Fenômeno dominante	Variável controladora	Encolhimento
Primeira	Evaporação superficial (a,b)	Velocidade do ar de secagem (a)	Sim (a,b,c)
Segunda	Difusão interna de umidade (fase líquida) (a,b)	Velocidade e temperatura do ar de secagem (a,b,c,d)	Minimizado (a,b)
Terceira	Difusão interna de umidade (fase gasosa) (a)	Temperatura do meio (a)	Inexistente (a,b)

Fonte: Martins (2016).

#### 2.4.2 Classificação da umidade contida num sólido

Os tipos de umidade envolvidos na secagem de sólidos são apresentados na Figura 2.10, onde o ponto D caracteriza o teor de umidade crítico, o qual está localizado no final do período à taxa constante. Neste ponto, o movimento do fluido no interior do sólido não é suficiente para substituir o líquido que está evaporando na superfície. Tal teor depende da estrutura do sólido, da espessura da amostra e da velocidade da secagem, mas depende muito pouco da taxa de secagem (FOUST *et al.*, 1982).

Figura 2.10 - Tipos de umidade envolvidos na secagem de sólidos.



Fonte: Adaptado de Foust et al. (1982).

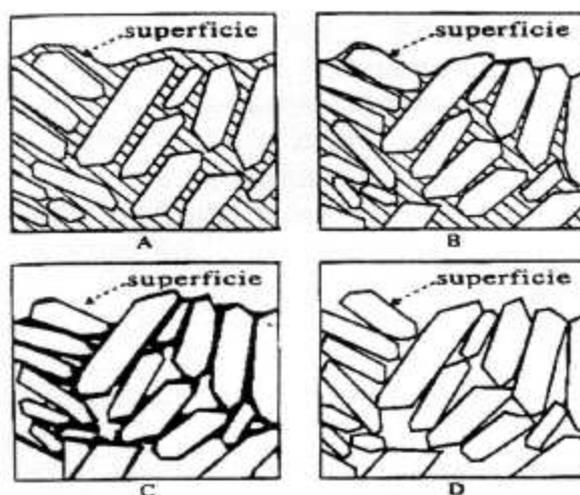
A umidade de equilíbrio é a umidade retida em um sólido, em equilíbrio com o gás úmido, e que não pode ser removida pelo ar secante. Ela depende da estrutura do sólido, da temperatura e da umidade do ar. A umidade livre é a umidade retida em excesso no sólido e além do teor de umidade de equilíbrio.

Umidade não ligada é a umidade extra que atua como uma água não ligada, sendo aquela que fica na superfície do sólido, como um filme líquido. A umidade ligada é aquela retida no sólido em equilíbrio com o ar parcialmente saturado, ou seja, ar com uma umidade relativa abaixo de 100%.

### 2.4.3 Retração

A Figura 2.11 mostra um esboço do comportamento de uma massa cerâmica no processo de secagem. No início da secagem, todas as partículas de argila da massa estão cercadas de água por todos os lados. Com a liberação da água, as partículas aproximam-se e a massa retrai. Na primeira fase da retração, a variação do volume do produto úmido é proporcional ao decréscimo do volume de água. No decorrer da secagem, as partículas aproximam-se progressivamente até, finalmente, encostarem-se (LEHMKUHL, 2004).

**Figura 2.11** - Fases da retração.

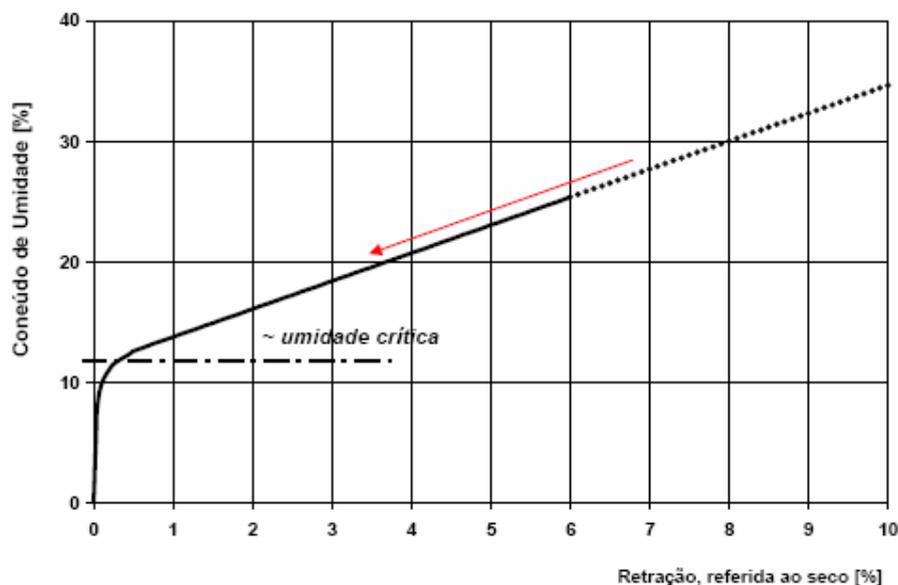


Fonte: Lehmkuhl (2004).

A retração continua a uma velocidade menor, uma vez que a perda de água passa a ser parcialmente compensada pela formação de poros. Este período é definido como a segunda fase de retração. Na última fase a retração assume um estado final. Uma secagem adicional aumenta

o volume do poro, porém o volume total da peça permanece constante. A relação existente entre a perda de água de uma massa e sua retração é evidenciada pela Figura 2.12 denominada curva de Bigot (VIEIRA et al., 2003). Nele são visíveis três zonas bem definidas (LEHMKUHL, 2004):

**Figura 2.12** - Curva de Bigot: perda de água e retração.



**Fonte:** Facincani (1992).

- 1ª) Teores mais elevados de umidade, na qual se nota uma estreita proporcionalidade entre o percentual de água evaporada e o percentual de retração linear (a retração linear, teoricamente, é igual à raiz cúbica da retração volumétrica), ambas referidas às condições finais de secagem. A água perdida é denominada de água de retração. Neste campo é possível avaliar rigorosamente que valores assumiriam a retração ao variarem-se às quantidades de água de conformação para uma determinada matéria-prima (parte tracejada da Figura 2.12);
- 2ª) Teores intermediários de água, as perdas de água continuam, mas a retração decresce rapidamente;
- 3ª) com teores mais baixos de umidade, a água pode ser evaporada, e a retração se modifica muito lentamente (água de porosidade).

O ponto de umidade crítica, não está perfeitamente definido em muitas argilas. Obviamente, quanto mais plástica a argila, maior a contração e maior o risco de que se produzam tensões que origina fissuras de secagem (NASCIMENTO, 2002).

#### 2.4.4 Teorias de secagem

Ao longo do tempo várias teorias de secagem foram propostas para descrever o transporte de massa e calor em meios capilares porosos, as quais são listadas a seguir:

- Teoria da difusão líquida;
- Teoria capilar;
- Teoria da vaporização - condensação;
- Teoria de Luikov;
- Teoria de Philip e De Vrie e de Berger e Pei;
- Teoria de Fortes e Okos;
- Teoria de Krischer.

Pode-se descrever um processo de secagem por meio de um modelo matemático. Vários modelos de secagem estão disponíveis na literatura e, entre estes, podem ser citados os seguintes: modelos empíricos (DINCER, 1998; JIAN-FENG et al. 2007); modelos baseados na lei de Darcy (PINHEIRO et al., 1998) e modelos de difusão. O modelo de difusão é muito usado para descrever a cinética de secagem de madeira (OLEK; WERES, 2007).

### 2.5 Modelagem do processo de secagem

O processo de secagem não consiste em simplesmente pegar o material, colocar no forno e no final sair um produto seco. Tecnicamente, é preciso ter cuidado com a secagem, pois se o produto for seco de forma errada pode lhe acarretar sérios danos, tipo: a perda na qualidade final do produto, o desperdício de energia e mão de obra, entre outros. Os modelos matemáticos existem para descrever determinados fenômenos e buscam sanar algumas irregularidades que ocorrem durante esses processos (SILVA, 2016).

Para modelos de difusão, as condições de contorno apropriadas devem ser identificadas na descrição do processo de secagem. Embora o uso de condições de contorno do terceiro tipo seja mais comum, alguns trabalhos usando condições de contorno do primeiro tipo são também encontrados na literatura (CHEMKHI; ZAGROUBA, 2005).

Almeida (2009), analisou o funcionamento de um secador tipo túnel utilizado pela indústria de cerâmica por meio de estudos experimentais e numéricos da secagem de tijolos

cerâmicos vazados industriais. O objetivo foi oferecer às indústrias e/ou empresas que tenham interesse em otimizar o funcionamento de secadores industriais de tijolos cerâmicos, informações indispensáveis e raramente encontradas na literatura, para o processo de secagem.

Silva (2009), apresentou um estudo numérico da secagem de tijolos vazados. Inicialmente foi apresentado um modelo matemático transiente para prever a transferência de calor e massa, bem como simular a distribuição do teor de umidade e temperatura no interior do sólido, considerando as propriedades termofísicas constantes durante todo processo de secagem. Aspectos das tensões internas e deformações no material também foram analisados.

Martins (2016), utilizando-se do uso da modelagem da secagem convectiva em contracorrente de cerâmicas vermelhas permitiu, com o uso do software computacional para a simulação do processo de secagem, a construção de uma geometria complexa com uma malha refinada e esta levou a obtenção de resultados distribuídos localmente, mostrando como a secagem é um processo que ocorre de maneira não uniforme ao longo da peça.

Neste trabalho, o mecanismo de transporte de água no interior do sólido é descrito pela teoria da difusão líquida. Por outro lado, segundo Carmo (2004), existem outros tipos de mecanismos de difusão, tais como: Teoria da condensação-evaporação, considera que nesse mecanismo, o vapor de água no interior do produto é condensado perto da superfície, com a taxa de condensação igual à taxa de evaporação; Teoria capilar, que se refere ao fluxo de um líquido através dos interstícios e sobre a superfície de um sólido, devido a atrações moleculares entre o líquido e o sólido; Teoria de Luikov considera que os fluxos de água devido à difusão tanto de vapor quanto de líquido, são devido a gradientes de temperatura, de concentração de umidade e de pressão no interior do sólido; Teoria de Krischer enfatiza que, durante a secagem, o fluxo de umidade pode acontecer no estado líquido, por capilaridade, ou no estado de vapor devido ao gradiente de concentração de vapor; Teoria de Philip e De Vries considera que, em meios porosos, a água é movida através da difusão de vapor e por capilaridade.

Dependendo da espessura da camada do material estudado ou se o material seco é apenas uma partícula, estes modelos podem ser classificados em modelos a nível de partícula e modelos a nível de secador.

Segundo Nascimento (2002), diversos modelos têm sido propostos para descrever a taxa de perda de umidade durante a secagem de sólidos a nível de partícula, podendo ser divididos em dois grandes grupos:

- modelos baseados na análise concentrada;
- modelos baseados na análise distribuída.

### 2.5.1 Modelos baseados na análise concentrada

Os modelos matemáticos mais simples podem ser usados para descrever o decréscimo do teor de umidade médio ao longo do processo de secagem para condições específicas, tais como: condições do ar mantidas constantes e produto com geometria no qual gradientes de umidade dentro do mesmo praticamente inexistam.

Admitindo que a umidade e/ou temperatura do sólido ( $\theta$ ) seja espacialmente uniforme em qualquer instante durante o processo transiente, isto é, que os gradientes de umidade e/ou temperatura no interior do sólido sejam desprezíveis, todo o fluxo de massa e/ou calor recebido e gerado, difundirá instantaneamente através do mesmo. Isto acontece quando  $\Gamma^\phi$  (uma propriedade qualquer de transporte, por exemplo, a condutividade térmica ou o coeficiente de difusão de massa) for suficientemente alta ( $\Gamma^\phi \rightarrow \infty$ ). Embora esta condição não seja fisicamente possível, ela será bem aproximada se a resistência aos fluxos de calor e/ou massa no interior do sólido for muito menor que a resistência à transferência de calor e/ou massa entre o sólido e a sua vizinhança (LIMA, 2017).

Este método admite uma distribuição uniforme de umidade e/ou temperatura dentro do sólido em qualquer instante, de modo tal que, a temperatura ou teor de umidade do sólido possa ser expressa, exclusivamente em função do tempo, ou seja,  $M = M(t)$  e  $\theta = \theta(t)$ .

#### 2.5.1.1 Modelos empíricos e semi-empíricos

Os modelos empíricos, que são modelos baseados numa análise concentrada, consistem em uma relação direta entre o teor de umidade e o tempo de secagem. O modelo semi-empírico, por sua vez, baseia-se na validade da lei de Newton do resfriamento, assumindo uma proporcionalidade de diferença entre o teor de umidade do produto e o seu respectivo teor de umidade de equilíbrio (Lima, 1999). O uso de modelos matemáticos para secagem em camada fina é muito comum, sendo usado por vários autores para o estudo de secagem de grãos e frutas.

Os modelos empíricos e semi-empíricos normalmente são usados para descrever a secagem de uma partícula ou de uma camada fina de partículas. Os modelos empíricos consistem numa correlação direta entre o teor de umidade e o tempo de secagem, enquanto os semi-empíricos baseiam-se na hipótese de que a taxa de secagem é proporcional à diferença entre o teor de umidade do produto e seu respectivo teor de umidade de equilíbrio, para as condições de secagem especificadas (NASCIMENTO, 2002).

Variações dos modelos empíricos e semi-empíricos têm sido usadas. Algumas destas variantes estão apresentadas na Tabela 2.4, com suas respectivas referências.

**Tabela 2.4-** Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem

Modelos	Equações
Modelo de Newton	$WR = \exp(-kt)$
Modelo de Page	$WR = \exp(-ktn)$
Modelo de Page Modificado	$WR = \exp[-(kt)n]$
Modelo de Henderson e Pabis	$WR = a \exp(-kt)$
Modelo de Thompson	$WR = a \exp(-kt)$
Modelo Logarítmico	$WR = a \exp(-kt) + c$
Modelo de dois termos	$WR = a \exp(-k_0t) + b \exp(-k_1t)$
Modelo de dois termos exponenciais	$WR = a \exp(-kt) + (1 - a) \exp(-kat)$
Aproximação da difusão	$WR = a \exp(-kt) + (1 - a) \exp(-kbt)$

<sup>(1)</sup> WR é a razão de umidade; k, k<sub>0</sub>, k<sub>1</sub> são as constantes de secagem por minuto; a, b, c, n são os coeficientes dos modelos; e t é o tempo de secagem, em minutos. Fonte: Akpinar et al. (2003).

Esses modelos são importantes não só para descrever a remoção da camada fina de água, mas também para descrever a penetração de calor durante a remoção do ar quente utilizado (ALIBAS, 2014b).

## 2.5.2 Modelos baseados numa análise distribuída

### 2.5.2.1 Modelo difusivo

Os modelos difusivos geralmente baseiam-se na difusão de líquido e/ou vapor dentro do produto. Estes modelos descrevem as taxas de transferência de calor e massa como função da posição dentro do sólido e do tempo de secagem e consideram as resistências aos fluxos de calor e massa externa e interna (NASCIMENTO, 2002).

A secagem envolve o movimento da água do interior para a superfície do sólido por meio de mecanismos distintos. Vários autores têm proposto que o principal mecanismo de transporte de água seja a difusão líquida (Fortes e Okos, 1980; Geankoplis, 1993). A difusão ocorre nos sólidos de estrutura fina e nos capilares, nos poros e nos pequenos orifícios cheios de vapor. Contudo, a teoria de difusão não considera o encolhimento, apesar de estudos mais recentes incorporarem esse fenômeno (BARBOSA e CÁNOVAS, 2000).

A concepção de difusão líquida como único mecanismo de transporte de umidade tem sido causa de várias discussões, apresentando constantemente discordâncias entre os valores experimentais e teóricos, Berger apud Alvarenga et al. (1980); Fortes e Okos (1980); Kee (1992). Os principais questionamentos podem ser atribuídos à consideração do coeficiente de difusão constante, condições de contorno inadequadas e não consideração da ocorrência de encolhimento do material, conforme constatado por (LIMA, 1999).

O fenômeno físico do encolhimento ocorre simultaneamente com a perda de umidade do produto. Este fenômeno pode ocasionar um efeito considerável no coeficiente de difusão de massa, e conseqüentemente na taxa de secagem.

Muitos dados da literatura referentes à difusividade de massa são encontrados. No caso específico de materiais cerâmicos, a difusividade de massa é fortemente dependente da estrutura física do produto. Em geral quanto maior a porosidade, maior é o coeficiente de difusão (NASCIMENTO, 2002).

Muitos pesquisadores utilizam a teoria da difusão líquida, conhecida como segunda lei de Fick, para descrever o processo de remoção de umidade e determinar o coeficiente de difusão efetivo (CORRÊA et al., 2010). Nessa teoria, a difusão da umidade é geralmente controlada pela transferência de massa interna (CHEN et al., 2012), sendo dada por:

$$\frac{\partial M}{\partial t} = \nabla \cdot (D \nabla M) \quad (2.1)$$

onde  $D$  é o coeficiente de difusão do líquido e  $M$  o teor de umidade do sólido.

O encolhimento do produto durante o processo de secagem é um fenômeno físico observável que ocorre simultaneamente com a difusão de umidade. Este efeito pode gerar uma influência considerável no coeficiente de difusão de massa, e conseqüentemente na taxa de secagem. Entretanto, apesar de alguns autores não considerar o encolhimento, a teoria da difusão líquida vem ganhando ao longo do tempo a preferência dos pesquisadores (SILVA et al., 2007).

Em se tratando de secagem de materiais para a indústria de cerâmica, observa-se a aplicação da difusão líquida na secagem de argila (ARAÚJO et al., 2019).

## **2.6 Pesquisas publicadas na área de secagem de materiais cerâmicos**

### **2.6.1 Estudos experimentais**

Diversos estudos têm sido realizados com o objetivo principal de colher dados para a melhoria do processo de secagem de materiais cerâmicos. Sejam experimentais ou numéricos, alguns buscam a obtenção de dados do material, como coeficiente de difusão de umidade, porosidade, permeabilidade, etc. Outros trabalhos visam estudar a cinética de secagem do material (CADÉ et al., 2005; SILVA et al., 2011; SILVA, J. et al., 2012; ALMEIDA et al., 2013; TAVARES et al., 2014; ALMEIDA et al., 2016) e há os que buscam compreender os defeitos causados por uma secagem de má qualidade, como trincas e rachaduras que surgem na queima do material (BATISTA et al., 2008; BATISTA et al., 2009; SILVA et al., 2011; KHALILI et al., 2014; NASCIMENTO et al., 2015). Neste contexto é possível encontrar na literatura diversas pesquisas sobre materiais cerâmicos e, dentre os quais, podem ser citados:

Silva (2007) apresentou resultados da cinética de secagem de peças cerâmicas em forma de tubos cilíndricos. O estudo ofereceu uma equação de difusão em regime transiente escrita em coordenadas generalizadas e um pacote computacional desenvolvido que foi aplicado na simulação da cinética de secagem de membranas cerâmicas na forma de tubos cilíndricos, usados em processos de filtração, nas seguintes condições experimentais: temperatura de 45 a 105 °C, teor de umidade inicial de 25 a 30% (bs) e umidade relativa do ar de 58%. Os resultados numéricos foram comparados com os resultados experimentais obtidos nestas mesmas condições. Tal comparação possibilitou determinar uma expressão para o coeficiente de difusão em função da razão de umidade e da temperatura do ar de secagem.

Batista et al. (2008), apresenta um estudo experimental da secagem, queima e choque térmico de amostras de tijolos cerâmicos maciços e vazados de argila para cerâmica vermelha, com diferentes dimensões e umidades iniciais. São oferecidas técnicas numéricas, analítica e experimental a problemas específicos envolvendo transferência de calor e massa, retração volumétrica e tensões oriundas de gradientes térmicos e de umidade, direcionadas ao desenvolvimento de sistemas de secagem, particularmente a secagem de materiais cerâmicos com forma paralelepípedica (tijolos cerâmicos) nos níveis de partícula e de equipamento industrial(secador).

Almeida et al. (2013) apresentaram um modelo matemático e uma solução numérica para descrever a secagem de tijolos ocios de cerâmica em um secador de túnel do tipo de fluxo cruzado em escala industrial. O modelo baseia-se em balanços de massa e energia escritas para um volume diferencial situado numa posição arbitrária do material sólido e incluem a condensação de água. Para validar a metodologia, os resultados numéricos e experimentais para o teor de umidade e temperatura do tijolo durante a secagem em escala industrial são comparados e uma boa correlação foi obtida. Os autores concluíram que durante o processo de

secagem, os baixos gradientes de temperatura e teor de umidade no interior do leite, foram obtidos. Isso deve-se ao fato de que a temperatura do ar de secagem foi aumentada gradualmente e, conseqüentemente, a sua umidade relativa também aumentou gradualmente em direção ao fim do processo, o que resulta em uma secagem mais uniforme e um produto de melhor qualidade.

Khan e Straatman (2016) abordaram a secagem convectiva de materiais porosos. Esses materiais são compostos por uma estrutura sólida, água e espaços vazios, e podem ser classificados de acordo com a sua natureza higroscópica. Como materiais higroscópicos podem-se citar o tomate, a cenoura e a madeira, e como materiais não higroscópicos a areia e a cerâmica. Na secagem convectiva de materiais porosos, o ar com baixa umidade relativa é forçado a atravessar meios porosos úmidos, e o transporte da umidade ocorre na forma de vapor de água e na forma de água líquida.

Koronthalayova e Bagel (2015) estudaram o efeito da contaminação com sal nos parâmetros de transporte de umidade (permeabilidade do vapor de água) e na difusividade da umidade em tijolos cerâmicos. Os tijolos foram mergulhados em água destilada e em soluções salinas a 4% e a 6% (40 ou 60 g de NaCl em 1000 g de água destilada). As quatro superfícies laterais das amostras foram seladas com resina epóxi para garantir o fluxo de umidade unidimensional. Os resultados mostraram que para as baixas concentrações de sal o processo de captação capilar é praticamente idêntico para os tijolos imersos em solução salina e o imerso em água destilada. O processo de secagem é significativamente afetado pela criação real da crosta de sal. Para as concentrações de sal testadas, o vapor de água e o transporte de água capilar dentro do tijolo foram apenas levemente afetados pela presença de sal. A redução da permeabilidade ao vapor de água pode ser totalmente explicada pela presença de crosta de sal formada na superfície da amostra.

Para investigar os mecanismos de secagem em diferentes estágios, Oummadi et al. (2019) examinaram a distribuição da água dentro dos corpos cerâmicos em diferentes escalas. As medições experimentais, usando uma técnica de pesagem simples e a Ressonância Magnética, mostram que durante o primeiro estágio de secagem envolvendo o encolhimento, o material é constituído por sólidos e água sem gradiente do teor de água na amostra. Durante o segundo estágio de secagem, diferenças significativas no teor de água em função da posição aparecem. Como complemento, na escala de grãos foram feitas observações usando microscopia eletrônica de varredura ambiental, fornecendo informações úteis sobre as interfaces sólido-líquido-gás na parte próxima da superfície do corpo. Finalmente, a partir da distribuição da água foi feita uma estimativa simples do coeficiente de difusão da água com sua

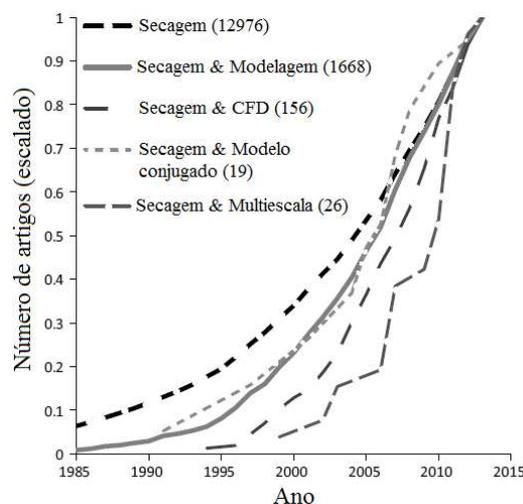
dependência do teor de umidade. No progresso da secagem observou-se que a diminuição do teor de umidade ocasionou a queda no valor da difusividade mássica.

### 2.6.2 Simulação numérica

A popularização de técnicas de simulação numérica por meio da dinâmica dos fluidos computacional (CFD) tem levado a análise de fenômenos físicos a novos patamares. O emprego dessas técnicas trouxe aumento à velocidade de obtenção de resultados e reduziu custos relativos a experimentos (MOURA, 2018).

Diversos métodos computacionais avançados aplicados à secagem de materiais porosos emergiram claramente na última década (Figura 2.13), e dentre eles destaca-se a fluidodinâmica computacional (CFD). É um método de modelagem avançada bastante conhecido e difundido, sendo aplicado para secadores convectivos, secadores por pulverização, secadores de bandejas, secadores de flash e secadores de leito fluidizado, por exemplo (ARAÚJO, 2019). Defraeye (2014) realizou uma pesquisa sobre uso de CFD em tecnologia de secagem, considerando publicações de periódicos relevantes sobre CFD de 2008 até 2013, e identificou que na época a simulação numérica tinha pouca representatividade no montante de artigos publicados sobre secagem.

**Figura 2.13** - Número de artigos sobre tecnologia de secagem e sua relação com métodos computacionais avançados, obtidos a partir da Scopus, em função do tempo



Softwares comerciais são muito usados para análise de problemas físicos, particularmente ANSYS Fluent, ANSYS CFX, OpenFOAM e Flex PDE. A pesquisa de

Defraeye (2014) também revelou que a modelagem 2D ainda é amplamente utilizada junto à modelagem 3D (cerca de 50/50). O mesmo vale para a modelagem em estado estacionário e transiente (também cerca de 50/50) na época (ARAÚJO, 2019).

Defraeye (2014) exalta a utilização do CFD para resolução de problemas de secagem de materiais porosos, porém cita vários desafios que a técnica computacional necessita de superar, sendo eles: determinação das propriedades dos materiais de forma apropriada, validação dos modelos matemáticos com dados experimentais mais confiáveis, modelos multifísicos mais completos e modelos de secagem mais integrados com outros modelos físicos e também mais orientados para cálculos de consumo ou eficiência de energia. Ainda de acordo com o autor, o desenvolvimento de softwares em CFD mais fáceis de usar é fundamental para preencher a lacuna existente atualmente entre os modelos obtidos através da pesquisa por instituições acadêmicas e a indústria, de forma a torná-lo mais atraente. Defraeye (2014) ainda afirma que esses métodos computacionais avançados como o CFD mostram perspectivas promissoras para ajudar a desenvolver tecnologias de secagem mais sustentáveis, adaptadas aos novos requisitos das futuras gerações, e deverão desempenhar um papel cada vez mais importante na pesquisa e desenvolvimento de tecnologias na área da secagem.

De acordo com Khan e Straatman (2016), a modelagem numérica de secagem convectiva é classificada em categorias baseadas no seu nível de sofisticação. As mais simples são modelos de curva de secagem, onde uma única equação de umidade é aplicada em materiais porosos para avaliar a perda de umidade como função da temperatura e de outros parâmetros. Tais modelos predizem a taxa de secagem global, mas não localmente. A próxima categoria de modelos utiliza equações diferenciais de transporte de energia e umidade para modelar o processo de secagem dentro do domínio poroso, e há a previsão das variações locais de temperatura e teor de umidade dentro do material de secagem. A terceira categoria melhora a avaliação do calor convectivo e da transferência de massa dentro do domínio poroso. Sua diferença principal é o fato de considerar a região fluida que envolve o material, embora não de forma conjugada direta. A maioria dos trabalhos na literatura utilizam a primeira categoria para descrever a secagem de materiais porosos, conseguindo fornecer a variação média da temperatura e da umidade com o tempo. Esta abordagem, porém, não prediz os gradientes de temperatura e de umidade localmente.

Desta forma, a simulação numérica quando utilizada para resolver problemas em domínios complexos geralmente gera resultados com tempo de processamento aceitável. No entanto, visando aplicações em diversas áreas da engenharia, foram desenvolvidos vários

pacotes computacionais voltados para pesquisadores e engenheiros, e dentre eles pode-se citar o software FlexPDE.

FlexPDE consiste de um programa que resolve um sistema de equações diferenciais parciais com o método dos elementos finitos, além de resolver o sistema e produzir uma saída gráfica tabulando resultados. O programa possui uma gama de funções necessárias para resolver sistemas de equações diferenciais parciais: um editor de preparação de roteiros, um gerador de malha para a construção de malhas de elementos finitos 2D e 3D, um solver capaz de encontrar as soluções utilizando o método Skyline, e um sistema de produção de gráficos que explicita os resultados.

O FlexPDE constrói o modelo de elementos finitos, resolve o sistema de equações algébricas e habilita a saída gráfica. EDP de primeira e segunda ordem em condições estacionárias ou transientes e para problemas não lineares podem ser resolvidos. Sistemas de coordenadas cartesianas, cilíndricas e esféricas podem ser usados para problemas uni, bi e tridimensionais.

Os métodos mais difundidos são os dos Elementos Finitos (MEF), das Diferenças Finitas (MDF) e dos Volumes Finitos (MVF). Estes métodos, basicamente consistem em discretizar o domínio contínuo do sistema em questão em domínios menores, discretos. O método dos elementos finitos e das diferenças finitas foram os primeiros a ganhar destaque. Desde então, muitas discussões foram travadas acerca da eficiência de cada um destes métodos em relação ao outro, embora tenham, historicamente, sido usados em aplicações distintas devido à natureza distinta dos problemas de mecânica estrutural e mecânica dos fluidos.

A ideia principal da análise de elementos finitos (FEA) é dividir o domínio de interesse em sub-regiões (células) de formas simples e resolver sobre cada uma dessas simultaneamente. FlexPDE divide o domínio em triângulos, ou melhor, de primas triangulares transversais. Células em contato com a fronteira pode ter o lado externo ligeiramente curvo. (Backstrom,2005). O método dos elementos finitos é adequado para resolução de problemas envolvendo propriedades de materiais heterogêneos ou não – lineares, uma vez que cada elemento explicita um modelo de resposta de seu material (HOEK et al.,1995).

O programa resolve a Equação Diferencial Parcial (EDP), determinando os valores das variáveis dependentes em pontos discretos(nos), ou seja, nos cantos do triângulos e nos pontos médios entre os cantos. O único registro de processo de solução é, portanto, uma lista de valores nesses nós. A fim de obter os valores da função e derivados em outros pontos de uma célula triangular, o programa aplica um algoritmo para interpolação entre os nós.

Conforme Maliska (2004), o método dos elementos finitos (MEF), teve seu desenvolvimento na área da elasticidade, usando malhas triangulares não estruturadas, que eram capazes de representar fielmente geometrias complexas. Assim, até meados de 1970, tinha-se o MDF, muito usado na área dos fluidos mas, incapaz de tratar geometrias complexas e o MEF hábil em relação a geometrias complexas e sem a capacidade de tratar termos advectivos, presentes em equações de movimentos. Somente anos mais tarde, o MEF passaram a tratar problemas advectivos.

Nesse contexto embora apresentassem resultados satisfatórios, havia sob certas circunstâncias, problemas de instabilidade numérica entre outros problemas, que acabou levando ao desenvolvimento do método dos volumes finitos, MVF, que se baseado em malhas faz uso da conservação das propriedades físicas em geral, ao longo de cada elemento da malha, ao contrário dos MEF e MDF que são não conservativos e tem seus cálculos aplicados em pontos nodais dos elementos das malhas.

#### 2.6.2.1 Malha adaptativa

Considerável progresso tem sido observado no desenvolvimento de técnicas de malha adaptativa para a solução numérica de equações diferenciais parciais. A principal idéia deste método consiste em aumentar a densidade da malha localmente, buscando capturar importantes fenômenos locais, reduzindo o custo computacional.

Das várias técnicas (algoritmos) empregadas no processo de refinamento local de malhas estruturadas, o AMR (*Local Adaptive Mesh Refinement Technique*) foi escolhido no presente trabalho, para a definição da região de interesse e geração de blocos uniformes alinhados. O AMR é apenas uma parte do processo de estudo de refinamento local usando malhas adaptativas. Técnicas de utilização de células virtuais e a discretização das equações de Navier-Stokes nas malhas compostas ainda estão em fase de estudo para uma posterior implementação em escoamentos sobre geometrias complexas usando o método da Fronteira Imersa com Modelo Físico Virtual.

## 2.7 Planejamento experimental: otimização e análise de resultados

Realizar um planejamento de experimentos tem por objetivo determinar, ou mesmo quantificar, a influência das variáveis independente (fatores) no resultado final (variáveis dependentes), sendo indispensável para a confiabilidade dos resultados (RODRIGUES;

IEMMA, 2005). Tem-se então, que um bom planejamento é aquele capaz de fornecer informações ao que se procura (NETO et al., 2010).

Para o uso de métodos estatísticos para o planejamento experimental e análise dos resultados, Montgomery (1991) recomenda o seguinte procedimento:

- a) Reconhecimento e definição do problema;
- b) Escolha das variáveis (fatores de influência) e respectivas escalas de valores para avaliação e definição do nível específico para cada ensaio;
- c) Seleção da variável de resposta, garantindo a objetividade na análise dos resultados;
- d) Escolha do planejamento experimental (número de réplicas, sequência de execução dos ensaios e determinação da necessidade de aleatorização ou do uso de blocos);
- e) Execução dos experimentos;
- f) Análise dos resultados;
- g) Conclusões e recomendações.

A demanda por um grande número de experimentos pode tornar inviáveis algumas pesquisas. No entanto, utilizando artifícios estatísticos é possível reduzir tal número. Adotar planejamentos experimentais com base em princípios estatísticos, pode-se obter com o estudo, um grande número de informações úteis através de uma reduzida quantidade de experimentos (NETO et al., 2010).

De início, em um experimento, deve-se determinar os fatores e os resultados de interesse para o sistema em estudo e definir os objetivos que se deseja alcançar. A partir de então, pode-se utilizar métodos de planejamentos experimentais para o auxílio da obtenção e análise dos resultados (BISPO, 1999).

Alguns dos métodos mais conhecidos são: Simplex, Planejamento fatorial e a Metodologia de Superfície de Resposta (MSR). Através destes métodos é possível verificar as iterações e os efeitos individuais de todas as variáveis no processo (BISPO, 1999).

### 2.7.1 Planejamento fatorial

O planejamento fatorial é utilizado no estudo dos efeitos de duas ou mais variáveis de influência. É classificado como um do tipo simultâneo, em que as variáveis que apresentam influencias significativas na resposta são avaliadas ao mesmo tempo.

As variáveis são escolhidas e os experimentos são realizados em diferentes valores destes fatores para todas as combinações possíveis dos níveis de cada variável selecionada. Diz-se que há interação dessas variáveis quando o efeito de uma variável depende do nível das outras variáveis.

O planejamento fatorial pode ser representado por  $b\alpha$  ( $\alpha$  é o número de fatores e  $b$  é o número de níveis) quando se estuda o mesmo número de níveis para todos os fatores. Em geral, os planejamentos fatoriais deste tipo são os mais comuns, apresentando como vantagem a realização de poucos ensaios. Com um número reduzido de níveis não é possível explorar de maneira completa uma grande região no espaço das variáveis. Entretanto, observam-se tendências importantes para realização de investigações posteriores (REIS, 2016).

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Abordagem experimental

Neste capítulo, são apresentadas as matérias-primas e todo o procedimento experimental desenvolvido nesta pesquisa, desde as metodologias utilizadas para caracterização da argila e do rejeito, as formulações obtidas, até o planejamento estatístico definindo as variáveis de entrada e saída. O capítulo contempla também todo o processo de secagem e queima das placas cerâmicas, para que ao final seja feita a modelagem numérica da secagem e a validação experimental.

##### 3.1.1 Definição das variáveis

Como variáveis independentes, foram utilizadas:

- i. Teor de substituição de argila por rejeito de diatomita;
- ii. Tempo de homogeneização;
- iii. Temperatura de secagem;
- iv. Temperatura de queima.

As variáveis dependentes (de resposta) foram escolhidas em função das propriedades mais representativas relacionadas a tijolos cerâmicos, que são as seguintes:

- i. Resistência a flexão em três pontos;
- ii. Absorção de água por imersão;
- iii. Massa específica aparente;
- iv. Porosidade aparente;
- v. Retração linear pós-queima.

### 3.1.2 Materiais

#### 3.1.2.1 Argila

A argila *in natura* para cerâmica vermelha foi cedida pela empresa de cerâmica São Matheus, situada em São Gonçalo do Amarante, um município brasileiro localizado na Região Metropolitana de Natal, Rio Grande do Norte, que possui uma grande quantidade de jazidas de argila.

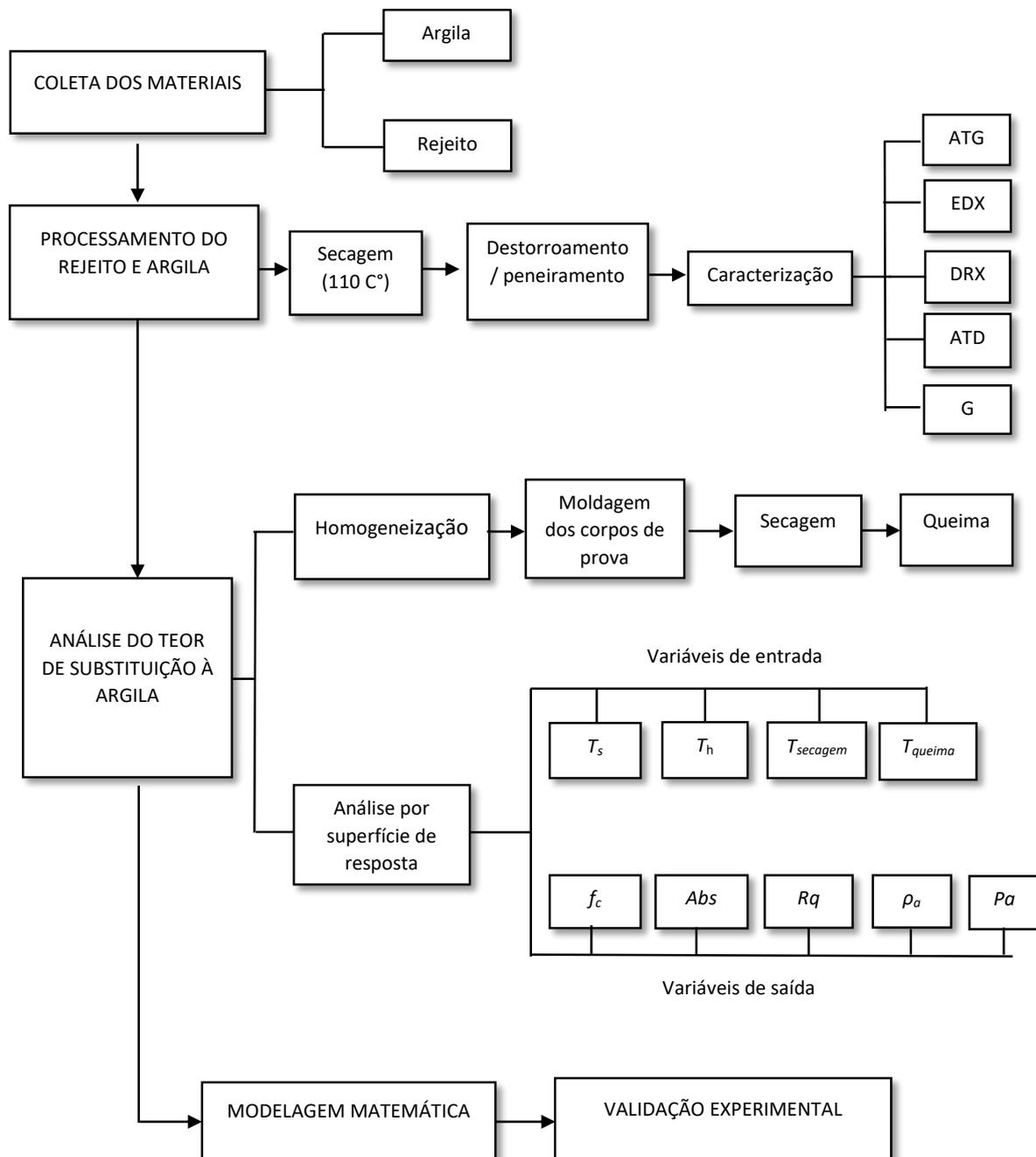
#### 3.1.2.2 Rejeito de diatomita

Foram utilizados os rejeitos provenientes do beneficiamento da produção da diatomita, doados pela empresa de mineração Mirasa Ltda., localizada no município de Rio do Fogo, Rio Grande do Norte. O município é o segundo maior produtor nacional deste minério, situado próximo à região onde foi confeccionada a argila.

### 3.1.3 Procedimento experimental

A abordagem metodológica desta tese está descrita esquematicamente na Figura 3.1.

**Figura 3.1** - Fluxograma das etapas que compõem a fase experimental



Legenda: DRX – difração de raios X; EDX – espectrometria dispersiva de raios X; ATD – análise térmica diferencial; ATG – análise termogravimétrica;  $G_{laser}$  – granulometria;  $T_s$  – teor de substituição;  $T_q$  – temperatura de queima;  $Abs$  – absorção de água por imersão;  $P_A$  – porosidade aparente;  $\rho_a$  – massa específica aparente;  $f_c$  – resistência a flexão em três pontos;  $R_q$  – retração linear pós-queima;  $T_{sec}$  – temperatura de secagem;  $T_h$  – tempo de homogeneização.

### 3.1.3.1 Caracterização dos materiais

Os procedimentos adotados para a obtenção das amostras foram: secagem dos materiais em estufa a uma temperatura de  $\pm 110$  °C por 24 horas para perder a umidade, garantindo a constância de massa; posteriormente, as amostras foram submetidas às etapas de destorroamento e peneiramento de malha n. 200 (0,074 mm) para realização dos ensaios de caracterização. Todas as caracterizações foram realizadas em laboratórios pertencentes à Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMA).

- Argila

Os ensaios de caracterização física da argila e respectivas normas estão descritos na Tabela 3.1.

**Tabela 3.1** - Ensaios para caracterização da argila e respectivas normas

	<b>Determinações</b>	<b>Método de Ensaio</b>
<b>Físicas</b>	Análise granulométrica	Difração de laser
<b>Mineralógicas</b>	Difração de raios X	Difratômetro marca SHIMADZU
<b>Químicas</b>	Análise química (EDX)	Espectrômetro de Fluorescência de raios X
<b>Térmicas</b>	Análise termogravimétrica (ATG)	
	Análise térmica diferencial (ATD)	

- Rejeito de diatomita

Os ensaios e análises para caracterização física, química e mineralógica do rejeito da diatomita estão descritos na Tabela 3.2.

**Tabela 3.2** - Ensaios para caracterização das propriedades físico-químicas do rejeito de diatomita

	<b>Determinações</b>	<b>Norma</b>
<b>Físicas</b>	Análise granulométrica por difração de laser	
	Diâmetro médio das partículas [ $\mu\text{m}$ ]	
	Massa específica dos grãos [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	NBR 6508 (ABNT,1984)
<b>Mineralógicas</b>	Difração de raios X	
<b>Químicas</b>	Análise química (EDX)	
<b>Térmicas</b>	Análise termogravimétrica (ATG)	
	Análise térmica diferencial (ATD)	

### 3.1.3.2 *Ensaaios de caracterização*

Os ensaios de caracterização recomendados e normatizados pela ABNT estão descritos nos itens relativos a cada material. Os ensaios de caracterização permitem prever, com base nos conhecimentos dos ciclos de queima, a adequação ou não das matérias-primas para a produção das placas cerâmicas.

- Análise granulométrica a laser

A análise granulométrica tanto da argila quanto do rejeito de diatomita foi determinada por difração de laser (AG) (equipamento Cilas, Modelo 1064 L/D). O processo de análise foi feito com uso de ultrassom como dispersante, sendo utilizados aproximadamente 5 g para cada material para obtenção da curva granulométrica em peneira malha ABNT n. 200.

- Análise mineralógica por difração de raios X (DRX)

A fim de obter informações sobre as fases cristalinas presentes em um dado composto, o uso da técnica de difração de raios X (DRX) se tornou uma análise fundamental para identificar a estrutura dos materiais. Para a realização das análises, utilizou-se um difratômetro marca SHIMADZU, modelo XRD-6000. A radiação utilizada foi  $K\alpha$  do Cu (cobre), tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, a velocidade do goniômetro foi de 2 °/min e passo de 0,02 °.

- Análise química (EDX)

A análise química foi realizada em Espectrômetro de fluorescência de raios X, marca Shimadzu, modelo EDX 720, sob atmosfera de nitrogênio. Trata-se de uma técnica não destrutiva que permite a investigação dos elementos presentes na amostra, usando uma fonte de elevada energia de raios X ou gama provocando a excitação dos átomos da amostra que se pretende analisar. Nesta pesquisa, as amostras foram passadas em peneira ABNT n. 200 (0,074mm) e submetida à análise química por fluorescência de raios X.

- Análises térmicas (ATD e ATG)

A análise térmica das matérias-primas foi realizada na Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMa)/UFMG. O comportamento térmico dos materiais de partida foi estudado por análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA), indicando as faixas de temperatura nas quais ocorrem as perdas de massa e as temperaturas em que ocorrem transformações endotérmicas ou exotérmicas. Os materiais utilizados foram passados na peneira n. 200 (0,074 mm).

### 3.1.4 Ensaios tecnológicos das placas cerâmicas

#### 3.1.4.1 Planejamento experimental

Na literatura consultada, foram encontrados teores de até 30% de diatomita incorporados à massa cerâmica. A Tabela 3.3 apresenta as formulações que serão utilizadas ao longo da pesquisa.

**Tabela 3.3** – Formulações das massas que serão utilizadas

Formulações	Componentes %	
	Argila vermelha	Rejeito de diatomita
A	100	0
B	90	10
C	80	20
D	70	30

No experimento em questão, os fatores estudados são: teores de adição de rejeito de 10, 20 e 30%, tempo de homogeneização de 30, 45 e 60 min; temperatura de queima de 800, 900 e 1000 °C. O tratamento envolvendo teor de substituição de 20%, tempo de homogeneização de 45h, temperatura de secagem de 80 °C e temperatura de queima de 900 °C corresponde ao ponto central, um tratamento com os níveis médios de cada fator.

Com o intuito de reduzir o número de corpos de prova, a análise de todas as variáveis foi realizada com o auxílio de uma matriz de planejamento experimental fatorial  $2^{(4)}$  com ponto central e cinco repetições. Assim, se validado estatisticamente o modelo matemático elaborado, as condições otimizadas podem ser determinadas através de análise das superfícies de respostas obtidas.

As combinações de temperatura de secagem e queima, teor de substituição e tempo de homogeneização formam os tratamentos do experimento. As variáveis estudadas e os níveis de variação são mostrados na tabela 3.4.

**Tabela 3.4** - Variáveis estudadas a níveis de variação

<b>Variáveis independentes</b>	<b>Nível inferior (-)</b>	<b>Nível superior (+)</b>
% de rejeito adicionado a argila	10	30
Tempo de homogeneização (min)	30	60
Temperatura de queima (°C)	800	1000
Temperatura de secagem (°C)	60	110

Na etapa de planejamento experimental, são definidos os limites de cada matéria-prima nos sistemas trabalhados, o tipo de modelo que se ajustará aos dados experimentais e as formulações a serem produzidas em laboratório, a fim de obter as variáveis de respostas.

Conforme apresentado na Tabela 3.5, o número de composições ficou reduzido a 17, com 3 ensaios e 5 repetições, perfazendo um total de 225 corpos de prova. Os resultados foram analisados estatisticamente utilizando o programa Statistica 7.0, da StatSoft, com um nível de confiança de 95%. Foi definida uma nomenclatura para o corpo de prova com as iniciais maiúsculas: P, porcentagem de rejeito de diatomita; S, temperatura de secagem; Q, temperatura de queima no forno; H, tempo de homogeneização em cada amostra.

A matriz do planejamento experimental fatorial do tipo  $2^K$  com ponto central e cinco repetições, especificando os experimentos, está representada na Tabela 3.5.

**Tabela 3.5-** Formulação das amostras

Ensaio	Rejeito [%]	Temperatura de Secagem [°C]	Homogeneização Tempo [min]	Temperatura de queima [°C]
1-P10S60Q800H30	10	60	30	800
2-P30S60Q800H30	30	60	30	800
3-P10S110Q800H30	10	110	30	800
4-P30S110Q800H30	30	110	30	800
5-P10S60Q1000H30	10	60	30	1000
6-P30S60Q1000H30	30	60	30	1000
7-P10S110Q1000H30	10	110	30	1000
8-P30S110Q1000H30	30	110	30	1000
9-P10S60Q800H60	10	60	60	800
10-P30S60Q800H60	30	60	60	800
11-P10S110Q800H60	10	110	60	800
12-P30S110Q800H60	30	110	60	800
13-P10S60Q1000H60	10	60	60	1000
14-P30S60Q1000H60	30	60	60	1000
15-P10S110Q1000H60	10	110	60	1000
16-P30S110Q1000H60	30	110	60	1000
17-PC-P20S80Q900H45	20	80	45	900

### 3.1.5 Processo de conformação das placas cerâmicas

Para os ensaios tecnológicos, foram utilizados argila e rejeito de diatomita passados na peneira ABNT n. 80 (0,177 mm), no laboratório de Engenharia de Materiais da UAEMA/CCT/UFCEG, e em seguida os materiais foram acondicionados em sacos plásticos etiquetados. As massas foram submetidas a um processo de mistura em moinho de bolas por 30, 45 e 60 min, adicionando-se 8% de umidade nas massas para obter uma boa homogeneização e atingir o ponto plástico necessário à conformação. Os moldes utilizados para a confecção das placas de argila têm dimensões de 60 x 20 x 5 mm. As placas foram submetidas ao processo de prensagem uniaxial, em uma prensa hidráulica com pressão de compactação de 200 kgf/cm<sup>2</sup> ou 20 Mpa, o que equivale a 3,0 ton/cm<sup>2</sup>, durante 15 s. Em seguida, foram moldadas em massa semi-seca, pesando cerca de 11,82 g, utilizando-se da densidade do tijolo cerâmico

maciço de  $1,97 \text{ g/cm}^3$  referida por Medeiros et al. (2014). De acordo com Souza Santos (1989), com esse corpo de prova será possível medir as características cerâmicas após queima: retração linear, absorção de água, massa específica aparente, resistência a flexão em três pontos e porosidade aparente. Na Figura 3.2, a seguir, podem-se verificar os materiais peneirados, em processo de homogeneização e sendo conformados.

**Figura 3.2** - Materiais peneirados: a) rejeito da diatomita; b) argila

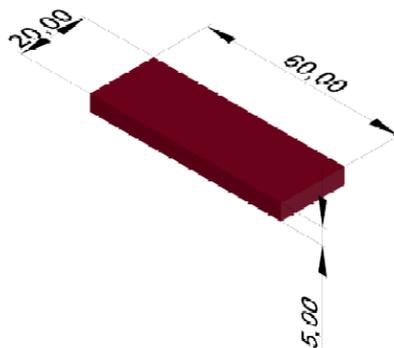


### 3.1.6 Secagem

#### 3.1.6.1 Equipamentos usados na secagem

O experimento de secagem foi realizado no Laboratório de Materiais Maria Cláudia Silva, do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), para verificar o efeito da temperatura, o tipo de material e o nível de compactação na perda de umidade da placa cerâmica, bem como comparar os resultados experimentais com os resultados numéricos obtidos de acordo com os modelos propostos, e determinar por ajuste os coeficientes de transferência e de difusão de massa. As amostras apresentaram dimensões aproximadas de  $60,0 \times 20,0 \times 5,0 \text{ mm}$ , conforme a Figura 3.3.

**Figura 3.3** - Representação da placa cerâmica com suas dimensões 60 x 20 x 5 mm

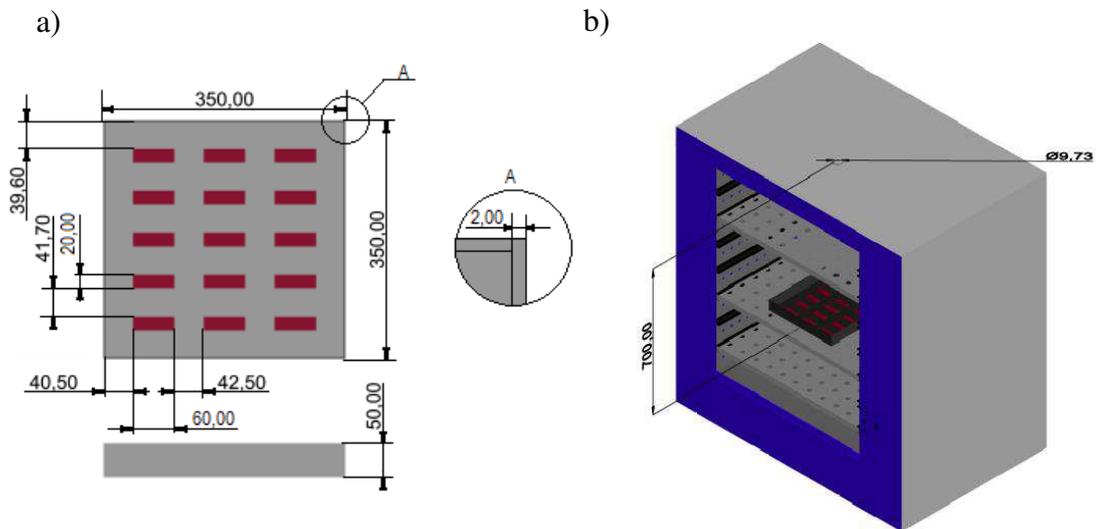


Para determinar os parâmetros geométricos das amostras e do ar de secagem, os seguintes equipamentos foram utilizados:

- Paquímetro digital da marca Messen com precisão de 0,01 mm: usado para medição das dimensões das amostras, antes, durante e após a secagem;
- Balança digital Quimis BG2000, com pesagem mínima de 0,5 g e máxima de 2,02 g, desvio de 0,01 g e erro de 0,1g;
- Dessecador, para evitar perda ou absorção de umidade das amostras;
- Termo higrômetro digital de fabricação da ICEL, mod. HT 208, usado para medição da temperatura e umidade relativa do ar ambiente fora da estufa, antes, durante e após a secagem;
- Termômetro de infravermelho com escala de -50 a 1000 °C TI 890: usado para medir a temperatura da amostra, antes, durante e após a secagem;
- Anemômetro Lutron Am 4201;
- Duas estufas: uma com circulação de ar (Marconi), com controlador de temperatura e com faixa de 0-200 °C e uma de secagem e esterilização (FANEM), sem circulação de ar, com níveis de temperatura de 0-300 °C, usada para a secagem a 110 °C e determinação da massa seca.

A Figura 3.4-a ilustra a bandeja de arame galvanizado usada para acomodar as amostras, visando facilitar a circulação do ar sobre elas dentro da estufa; a Figura 3.4-b, por sua vez, traz o esquema ilustrativo da estufa com circulação de ar utilizada em todo o processo de secagem.

**Figura 3.4** - a) Representação da bandeja de arame galvanizado com as respectivas placas b) Esquema representativo da estufa



### 3.1.6.2 Procedimentos experimentais

De acordo com os objetivos preestabelecidos, os seguintes procedimentos experimentais foram adotados:

- i. Obtenção das medidas de dimensões, massa e temperatura da amostra úmida e temperatura e umidade relativa do ar ambiente fora da estufa, antes do início da secagem ( $t = 0$  s);
- ii. Ajustamento e fixação da temperatura da estufa para a temperatura do ar de secagem desejada (60, 80 e 110 °C) através do controlador de temperatura.
- iii. Inserção da amostra no interior da estufa.
- iv. Retirada da amostra da estufa, em intervalos pré-estabelecidos, para medições da massa, temperatura e suas dimensões. As medições da temperatura, assim como a determinação de suas dimensões, foram feitas no centro fixo de cada amostra, para minimizar variações. Na primeira hora de processo, as amostras foram retiradas em intervalos de 10 min para serem realizadas as medições dos corpos de prova e seus pesos. Após a primeira hora, as amostras foram retiradas em intervalos de 30 min. Esse

procedimento de retirada das amostras se repetiu até que a massa de equilíbrio pudesse ser obtida;

v. Ao final, as amostras foram levadas a uma estufa a 110 °C por 48 horas, para ser obtida a massa de seco. Este procedimento para obtenção da massa de equilíbrio e de seco foi adotado tendo em vista a garantia de melhores resultados e a não-existência de uma norma específica para tais fins.

vi. A velocidade do ar no interior da estufa foi medida através de um anemômetro digital. Para obtenção da umidade relativa do ar no interior da estufa, mediram-se a temperatura de bulbo seco e a umidade relativa do ambiente externo à estufa com um termo-higrômetro digital. Introduzindo no programa CATT 3 a temperatura de bulbo seco e a umidade relativa externa, obteve-se a umidade absoluta do ar na parte externa da estufa (considerou-se que, em razão de a estufa ser aberta em intervalos de tempo pré-determinados, a umidade absoluta de seu ambiente externo era aproximadamente igual à do ambiente interno).

vii. Com a umidade absoluta obtida, e o valor da temperatura do ar no interior da estufa, se obteve, no mesmo programa, a umidade relativa do ar no ambiente da estufa.

A secagem foi realizada em triplicata, onde cada experimento continha cinco amostras de placas de argila, e as condições do processo seguiram um planejamento fatorial do tipo 2<sup>k</sup>. A matriz do experimento é apresentada na Tabela 3.6.

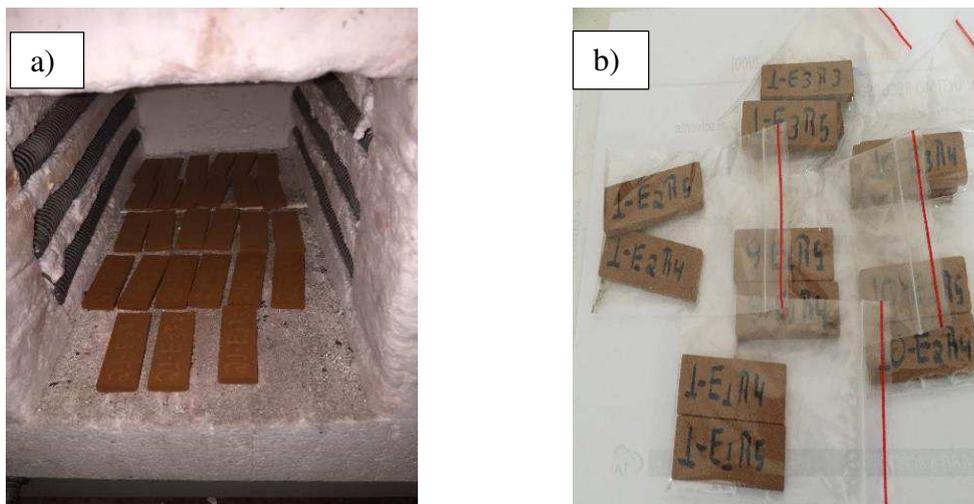
**Tabela 3.6** - Matriz de experimento do planejamento fatorial 2<sup>k</sup>

	P [%]	T[°C]	H[min]
Experimento 1	10	110	30
Experimento 2	10	110	60
Experimento 3	10	60	30
Experimento 4	10	60	60
Experimento 5	30	110	30
Experimento 6	30	110	60
Experimento 7	30	60	30
Experimento 8	30	60	60

### 3.1.7 Queima das placas cerâmicas

Após serem conformados e secos em estufa, as amostras foram queimadas em forno elétrico com temperaturas de 800, 900 e 1000 °C com taxa de aquecimento de 2 °C/min para temperatura e permanência na temperatura de queima por 60 min. O resfriamento ocorreu no interior do forno, à medida que sua temperatura baixava, de maneira natural. Após o resfriamento do forno até a temperatura ambiente, as placas foram encaminhadas para medição, pesagem e armazenamento em sacos plásticos, para as etapas de ensaios físicos e mecânicos. A Figura 3.5 mostra o forno utilizado e em seguida as placas já queimadas e armazenadas em sacos plásticos.

**Figura 3.5** - a) Placas cerâmicas pós queima; b) Placas cerâmicas armazenadas em sacos plásticos.



### 3.1.8 Ensaios das propriedades físico-mecânicas das placas cerâmicas pós-queima

Depois da queima, as placas de argila foram submetidas a ensaios de absorção de água por imersão (AA%), porosidade aparente (PA%), massa específica aparente (MEA), resistência a flexão em três pontos e retração linear, de acordo com a metodologia de Souza Santos (1989).

### 3.1.8.1 Retração linear

Foram medidas as dimensões das placas antes e após a queima. Em seguida, as retrações lineares foram calculadas através da Equação 3.1.

$$R_q(\%) = \frac{L_0 - L_i}{L_i} \times 100 \quad (3.1)$$

Onde:

$R_q$  = Variação da retração linear em porcentagem após a queima;

$L_0$  = Comprimento inicial antes da queima;

$L_i$  = Comprimento da amostra após a queima.

### 3.1.8.2 Absorção de água

A capacidade de absorção de água do corpo sintetizado está relacionada com a quantidade de água, em porcentagem, que o corpo absorve após queima. A determinação da absorção de água (AA) foi obtida pela Equação 3.2.

$$AA(\%) = \frac{(P_u - P_s)}{P_s} \times 100 \quad (3.2)$$

Onde:

AA = Absorção de água em (%);

$P_u$  = Peso do corpo saturado em (g);

$P_s$  = Peso da amostra seca, após queima em (g).

### 3.1.8.3 Porosidade aparente

A porosidade aparente é indicada em porcentagem entre o volume de poros aberto da placa cerâmica em relação ao seu volume. Ela estabelece a gama técnica de colhedora de um produto e o respectivo grau de sintetização (GOMES, 1986). A determinação da porosidade aparente (PA), é obtida pela Equação 3.3.

$$PA(\%) = \frac{(P_u - P_s)}{(P_u - P_i)} \times 100 \quad (3.3)$$

Onde:

PA = Porosidade aparente (%);

$P_u$  = Peso da amostra saturada (g);

$P_s$  = Peso da amostra seca após a queima (g);

$P_i$  = Peso da amostra imerso em água (g).

As amostras foram todas imersas em água pelo método da balança hidrostática, afim de calcular a porosidade aparente.

### 3.1.8.4 Massa específica aparente (MEA)

A massa específica aparente é a razão entre o peso da amostra seca em (g) e o seu volume em (cm<sup>3</sup>). A MEA foi determinada de acordo com Souza Santos (1989), utilizando-se da Equação 3.4, a seguir:

$$MEA(\text{g/cm}^3) = \frac{P_s}{P_u - P_i} \quad (3.4)$$

Sendo:

$P_u$  = Peso da amostra saturada (g);

$P_s$  = Peso das amostras seco, após queima (g);

$P_i$  = Peso das amostras imerso em água (g).

### 3.1.8.5 Resistência a flexão em três pontos

As propriedades mecânicas foram avaliadas através de ensaios de flexão em três pontos. Os ensaios mecânico de flexão foram realizados em uma máquina de ensaios Instron (Figura 3.6), seguindo as recomendações da ASMT C1161-18. Os ensaios de flexão foram realizados para a determinação do modulo de elasticidade, limite de resistência e deformação máxima das placas cerâmicas. Foram utilizadas cinco repetições para cada amostra, com dimensões de 60 x 20 x 5 mm, aplicando-se uma velocidade de 0,5 mm/min e distância entre apoios de 40 mm.

**Figura 3.6** – Detalhe da máquina de ensaio de flexão em três pontos



A resistência a flexão foi calculada pela Equação 3.5, através do modulo elasticidade:

$$\sigma_f \text{ (Mpa)} = \frac{3PL}{2ah^2} \quad (3.5)$$

Onde:

$\sigma_f$  = resistência a flexão (MPa);

P = carga atingida no momento da ruptura (N);

L = Distância entre os apoios (mm);

a = Largura das placas de argila (mm);

h – Altura das placas de argila (mm).

## 3.2 Abordagem teórica

### 3.2.1 Modelos empíricos

A partir dos dados de perda de massa das amostras durante as secagens e dos teores de umidade de equilíbrio, foram calculadas as razões de umidade a partir da Equação 3.6,

$$WR = \frac{W - W_e}{W_0 - W_e} \quad (3.6)$$

onde  $W$  é o teor de umidade no tempo  $t$  em minutos da secagem,  $W_0$  é o teor de umidade inicial e  $W_e$  é a umidade de equilíbrio, todos dados em quilogramas de água por quilograma de matéria seca.

De posse das razões de umidade para cada tempo do experimento, foram construídas as curvas de secagem para cada um dos cenários apresentados na Tabela 3.6. Utilizou-se cada uma das curvas para a obtenção dos parâmetros de ajustes dos modelos elencados na Tabela 3.7.

**Tabela 3.7** - Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem

Modelo	Equação	Referências
Newton	$WR = \exp(-kt)$	Henderson, 1974
Page	$WR = \exp(-kt^n)$	Guarte, 1996
Henderson e Pabis	$WR = a \exp(-kt)$	Zhang e Litchfield, 1991

### 3.2.2 Modelos analíticos

#### 3.2.2.1 Difusividade mássica

A segunda lei de Fick pode ser usada para interpretar os dados de secagem experimentais, porque a difusão de umidade é o principal mecanismo de transporte que descreve o período de taxa de secagem decrescente. Os tijolos têm geometria que pode ser considerada uma placa plana. Considerando o movimento unidirecional de umidade, distribuição uniforme da umidade inicial, que a umidade migra somente por difusão, e que a resistência externa e o encolhimento são desprezíveis, a solução matemática é representada pela Equação 3.7.

$$MR = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(2n-1)^2} \exp\left(-\frac{(2n-1)^2 \pi^2 Dt}{4L^2}\right) \quad (3.7)$$

Segundo Taheri-Garavand, Rafiee e Keyhani (2011), diante de problemas que envolvem a secagem de tijolos cerâmicos, podemos adotar as seguintes considerações: (1) a umidade é distribuída uniformemente em toda a massa da amostra; (2) a transferência de massa é simétrica em relação ao centro; (3) a umidade contida na superfície da amostra instantaneamente chega ao equilíbrio com o ar em contato; (4) a resistência de transferência de massa da superfície é negligenciada comparada às resistências internas das amostras; (5) a transferência de massa ocorre apenas por difusão; (6) o coeficiente de difusão é constante e o encolhimento é negligenciável.

Segundo Lopes et al. (2000), apenas o primeiro termo da série da Equação 3.7 é usado para longos tempos de secagem, portanto, devemos escrevê-la como:

$$MR = \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{\pi^2 Dt}{4L^2}\right), \quad (3.8)$$

onde  $t$  é o tempo de secagem em segundos,  $D$  é difusividade mássica efetiva da umidade em  $m^2/s$  e  $L$  é a espessura do tijolo em metros. De posse da Equação 3.8, utilizou-se o método de otimização de Levenberg-Marquardt para minimizar a diferença entre os dados experimentais e os valores da curva de secagem teórica a partir da difusividade mássica.

### 3.2.2.2 Difusividade térmica

A partir dos dados das medições de temperatura das amostras realizadas ao longo da secagem, calculou-se a temperatura adimensional a partir da Equação 3.9.

$$\theta = \frac{T - T_f}{T_i - T_f}, \quad (3.9)$$

onde  $T_d$  é a temperatura da amostra no tempo  $t$ ,  $T_0$  é a temperatura inicial da amostra e  $T_\infty$  é a temperatura da massa fluida que troca calor com a placa cerâmica.

De posse das temperaturas adimensionais ao longo do tempo, construíram-se as curvas de aquecimento para cada uma das réplicas dos cenários listados na Tabela 3.6. Semelhantemente ao que foi realizado na modelagem da difusividade mássica, utilizou-se o método de otimização de Levenberg-Marquardt para obter as difusividades térmicas,

minimizando a diferença entre os dados experimentais e os dados das curvas de aquecimento teóricas.

Para avaliar o aquecimento das placas de argila durante o processo de secagem, utilizou-se a Equação 3.10:

$$\theta = \frac{T - T_f}{T_i - T_f} = \exp[-Bi \cdot Fo], \quad (3.10)$$

onde  $T$  é a temperatura no tempo  $t$ ;  $T_f$  é a temperatura final;  $T_i$  é a temperatura inicial;  $Bi$  é o número de Biot,  $Fo$  é o número de Fourier. O cálculo do coeficiente de convecção, em  $W/m^2K$ , foi realizado por:

$$h_c = R_e^{1/2} P_r^{1/3} \frac{k_f}{L_c} \quad (3.11)$$

Segundo Incropera (2011), a Equação 3.11 deve ser utilizada quando considerarmos que a resistência de calor por condução no interior do sólido for pequena quando comparada com a resistência à transferência de calor entre o sólido e a sua vizinhança. Para o cálculo do  $k$ , levou-se em consideração a porcentagem de rejeito na amostra, fazendo-se uma média ponderada entre as condutividades térmicas da argila (0,8364 W/mK) e do rejeito (0,8956W/mk).

### 3.2.3 Grau de correlação dos modelos

O grau de correlação dos modelos apresentados nessa seção foi determinado usando parâmetros estatísticos, especificamente o coeficiente de determinação  $R$ , o chi-quadrado ( $\chi^2$ ) e o erro dos mínimos quadrados (RMSE). As equações desses testes estão apresentadas nas Equações 3.12, 3.13 e 3.14, respectivamente.

$$R^2 = 1 - \frac{\left[ \sum_{i=1}^N (MR_{pre,i} - MR_{exp,i})^2 \right]}{\left[ \sum_{i=1}^N (\overline{MR}_{pre} - MR_{exp,i})^2 \right]} \quad (3.12)$$

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (MR_{exp,i} - MR_{pre})^2}{n - N} \quad (3.13)$$

$$RMSE = \left[ \frac{1}{N} \sum_{i=1}^n (MR_{exp,i} - MR_{pre,i}) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3.14)$$

Nas equações acima,  $MR_{pre,i}$  é a  $i$ -ésima umidade relativa obtida pelo modelo,  $MR_{exp,i}$  é a  $i$ -ésima umidade relativa obtida através dos dados experimentais,  $N$  é número de observações e  $n$  é o número de constantes estimadas a partir dos dados experimentais.

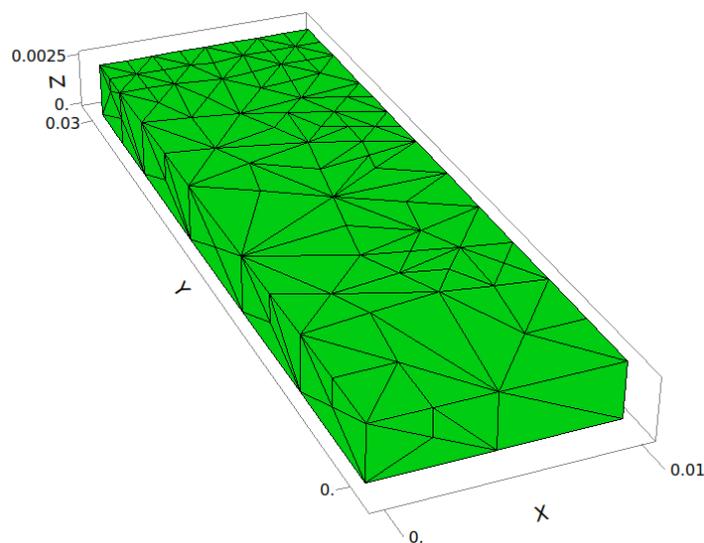
### 3.2.4 Modelo em CFD

#### 3.2.4.1 Domínio computacional e malha

Para a simulação do processo de secagem, usou-se o FlexPDE 7.0, um software que resolve sistemas de equações diferenciais parciais de primeira ou segunda ordem em geometrias cartesianas unidimensionais, bidimensionais ou tridimensionais, em geometrias esféricas ou cilíndricas unidimensionais ou em geometria bidimensional axi-simétrica. A discretização das equações propostas se dá através do método do elemento finito, e a geração de malha ocorre de forma automática e de modo adaptativo por rotinas internas do próprio software.

A geometria construída e a malha computacional final gerada pelo software estão apresentadas na Figura 3.7.

**Figura 3.7** - Geometria e malha da placa cerâmica



A Figura 3.7 ilustra o momento final da malha na simulação e não apresenta altos gradientes de massa e temperatura, portanto, a malha não necessita estar tão refinada. Em certos momentos da simulação, a malha apresentou um maior refino.

### 3.2.4.2 Transferência de massa

Para a transferência de massa durante a secagem da placa cerâmica foi considerado que as propriedades termofísicas são constantes durante todo o processo de difusão. O sólido é homogêneo e isotrópico; a distribuição de umidade é uniforme no início do processo; o coeficiente de transferência de massa é assumido como constante em todo o processo. A partir dessas considerações, utilizou-se a Equação 3.15 para a modelagem do comportamento da transferência de massa.

$$\frac{\partial M}{\partial t} = \nabla(D\nabla M), \quad (3.15)$$

onde  $M$  é o teor de umidade contido nos tijolos e  $D$  é a equação obtida dos dados experimentais.

Devido à uniformidade na geometria do tijolo, foram utilizadas as condições de simetria, em particular nos planos  $(x = 0, y, z)$ ,  $(x, y = 0, z)$  e  $(x, y, z = 0)$ , considerando assim 1/8 do volume dos sólidos. A condição inicial e as condições de contorno utilizadas para resolver a Equação 3.15 estão dispostas nas Equações 3.16-3.20.

- Condição inicial:

$$M(x, y, z, t = 0) = M_0 \quad (3.16)$$

- Condição de simetria:

$$\frac{\partial M(x = 0, y, z, t)}{\partial x} = \frac{\partial M(x, y = 0, z, t)}{\partial y} = \frac{\partial M(x, y, z = 0, t)}{\partial z} = 0, t > 0 \quad (3.17)$$

- Condição de contorno de terceira espécie:

$$-D \frac{\partial M(x, y, z, t)}{\partial x} = h_m(M(x, y, z, t) - M_e) \text{ em } t > 0 \text{ e } x = R_1 \quad (3.18)$$

$$-D \frac{\partial M(x, y, z, t)}{\partial y} = h_m(M(x, y, z, t) - M_e) \text{ em } t > 0 \text{ e } y = R_2 \quad (3.19)$$

$$-D \frac{\partial M(x, y, z, t)}{\partial z} = h_m(M(x, y, z, t) - M_e) \text{ em } t > 0 \text{ e } z = R_3 \quad (3.20)$$

Onde  $M_e$  é o teor de umidade de equilíbrio, que para o presente trabalho foi considerado 0, e  $h_m$  é o coeficiente de convecção mássica, calculado pela Equação 3.21, como sugerido por Incropera et al. (2016).

$$h_m = \frac{0,664 Re^{1/2} Sc^{1/3} D}{L_c} \quad (3.21)$$

$Re$  e  $Sc$  são os números adimensionais de Reynolds e Schmidt, respectivamente. O número de  $Re$  foi calculado considerando uma velocidade 0,1m/s.  $L_c$  é o comprimento característico da placa (largura).

### 3.2.4.3 Transferência de calor

Para o processo de transferência de calor, utilizou-se a Equação 3.22 para a modelagem do comportamento da temperatura nas placas de argila:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(k \nabla T), \quad (3.22)$$

onde  $\rho$  é a densidade do tijolo cerâmico (no presente trabalho, o valor usado foi de 1920 kg/m<sup>3</sup>),  $k$  é condutividade térmica de valor 0,84 W/mC e  $C_p$  é o calor específico sob pressão constante em J/kg K, calculada pela Equação 3.23.

$$C_p = \frac{k}{\rho \alpha}, \quad (3.23)$$

onde  $\alpha$  é a difusividade térmica obtida por esse trabalho.

De forma semelhante à modelagem de transferência de massa, foram utilizadas as condições de simetria nos planos  $(x = 0, y, z)$ ,  $(x, y = 0, z)$  e  $(x, y, z = 0)$ . A condição inicial e as condições de contorno usadas para resolver a Equação 3.22 estão dispostas nas Equações 3.24-3.28.

- Condição inicial:

$$T(x, y, z, t = 0) = T_0 \quad (3.24)$$

- Condição de simetria:

$$\frac{\partial T(x = 0, y, z, t)}{\partial x} = \frac{\partial T(x, y = 0, z, t)}{\partial y} = \frac{\partial T(x, y, z = 0, t)}{\partial z} = 0, t > 0 \quad (3.25)$$

- Condição de contorno de terceira espécie:

$$-k \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial x} = h_c (T(x, y, z, t) - T_{eq}) \text{ em } t > 0 \text{ e } x = R_1 \quad (3.26)$$

$$-k \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial y} = h_c (T(x, y, z, t) - T_{eq}) \text{ em } t > 0 \text{ e } y = R_2 \quad (3.27)$$

$$-k \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial z} = h_c (T(x, y, z, t) - T_{eq}) \text{ em } t > 0 \text{ e } z = R_3 \quad (3.28)$$

$T_{eq}$  é a temperatura de equilíbrio do sistema de secagem, dada por 372K, e  $h_c$  é o coeficiente de calor por convecção que foi calculado pela Equação 3.29, conforme sugerido por Incropera et al. (2016).

$$h_c = \frac{0,664 Re^{1/2} Pr^{1/3} k}{L_c} \quad (3.29)$$

$Pr$  é o número adimensional de Prandtl.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.1 Resultados experimentais

##### 4.1.1 Ensaios de caracterização dos materiais

Os resultados e suas respectivas discussões foram divididos em experimentais e teóricos: sendo experimentais as caracterizações físico-química, termogravimétrica, mineralógica e mecânica, além de analisar a influência dos parâmetros sobre a umidade; e teóricos a simulação computacional usando os modelos distribuídos e de camada fina (análise concentrada). Em seguida, foram comparados os resultados experimentais e numéricos para as várias condições de secagem e estimados os parâmetros do processo.

##### 4.1.1.1 Análise granulométrica

Na Tabela 4.1 é mostrada a distribuição granulométrica das amostras da argila e do rejeito de diatomita. Esta análise se faz necessária pois estima o grau de participação dos componentes em função do tamanho das partículas. A distribuição dos tamanhos das partículas de argila mostra que 10% das partículas possuem diâmetros inferiores a 2,44  $\mu\text{m}$ , 50% das partículas possuem diâmetros inferiores a 20,35  $\mu\text{m}$ , 90% das partículas possuem diâmetros inferiores a 52,71  $\mu\text{m}$ , sendo o diâmetro médio das partículas de 24,48  $\mu\text{m}$ . Dessa forma, o material tem características de material argiloso. O resultado da análise granulométrica mostra que o material possui pouca quantidade de partículas com 0,02  $\mu\text{m}$ , tamanho dos argilominerais que são um dos elementos responsáveis pela plasticidade do material.

**Tabela 4.1** - Valores obtidos de análise granulométrica das amostras de argila e rejeito de diatomita

Amostras	10%	50%	90%
	Diâmetro	Diâmetro	Diâmetro
Argila	<2,44 $\mu\text{m}$	<20,53 $\mu\text{m}$	<52,71 $\mu\text{m}$
Rejeito de diatomita	Diâmetro	Diâmetro	Diâmetro
	<1,79 $\mu\text{m}$	<9,51 $\mu\text{m}$	<32,29 $\mu\text{m}$

Fonte: Autores (2021)

Já a distribuição dos tamanhos das partículas do rejeito de diatomita mostram que 10% das partículas possuem diâmetros inferiores a 1,79  $\mu\text{m}$ , 50% das partículas possuem diâmetros inferior a 9,51  $\mu\text{m}$  e 90% possuem diâmetros inferiores a 32,29  $\mu\text{m}$ . O diâmetro médio das partículas foi de 13,28  $\mu\text{m}$ . Tais informações mostram que o rejeito de diatomita é bastante fino, garantindo uma boa superfície de contato com o meio racional, participando, assim, mais ativamente da reação.

A diferença entre o tamanho de partículas da argila e do resíduo pode levar a um melhor empacotamento das placas, pois as partículas menores tendem a preencher os vazios entre as partículas maiores. Isso pode resultar em compacto com maior resistência mecânica, o que é importante para evitar trincas durante a extração ou no manuseio anterior à queima (RODRIGUES et al., 2019).

#### 4.1.1.2 Análise de fluorescência de raios X

Na Tabela 4.2 encontram-se os resultados das análises químicas (FRX) que constituíram a amostra. Através dessas análises, foi possível determinar quais óxidos encontram-se presentes no material e, assim, projetar sua influência nas peças fabricadas.

**Tabela 4.2** - Análise química por fluorescência de raios X da argila

Propriedades químicas da argila	
Minerais	%
SiO <sub>2</sub>	54,745
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25,031
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,619
K <sub>2</sub> O	3,424
MgO	3,300
CaO	1,609
TiO <sub>2</sub>	1,467
RuO <sub>2</sub>	0,286
SO <sub>3</sub>	0,192
MnO	0,135
ZrO <sub>2</sub>	0,104
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,030
SrO	0,029
Rb <sub>2</sub> O	0,018
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,012

Conforme mostra a análise química (Tabela 4.2), a argila apresenta uma composição química com predominância de sílica e de alumina, com valores 54,74% e 25,031% respectivamente. Essas argilas são similares às argilas para cerâmica vermelha (SOUZA SANTOS, 1989; MEDEIROS, 2010), onde situam-se nos intervalos de 43,2% a 77,6% para sílica e de 6,8% a 38% para alumina, citados por Souza Santos (1975). Essa composição indica a presença de silicatos e sílica livre. Os silicatos constituem-se de argilominerais, feldspatos e micas. A sílica livre corresponde à formação do quartzo, que proporciona uma redução da plasticidade da argila. Este resultado corrobora o ensaio de plasticidade (MONTEIRO et al., 2017).

Observa-se também um teor considerável de óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ): 9,61%. Em função disso, a argila apresenta uma coloração vermelha após a queima, visto que este óxido confere tonalidade aos corpos cerâmicos e atua na plasticidade das massas cerâmicas – assim como o dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ), que apresentou um teor de 1,46%. O óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), com teor de 3,42%, encontra-se geralmente na forma de feldspatos, sendo considerado um fundente para massas, conferindo resistência mecânica quando sintetizado entre 950 °C e 1000 °C. Os demais óxidos, com teor abaixo de 1,0%, são considerados impurezas. Dessa forma, o material estudado é viável tecnicamente para a fabricação de produtos da cerâmica vermelha.

De acordo com a Tabela 4.3, a composição química do rejeito de diatomita apresentou alto teor de  $\text{SiO}_2$  (total).

**Tabela 4.3** - Análise química por fluorescência de raios X do rejeito de diatomita

Propriedades químicas do rejeito de diatomita	
Minerais	%
$\text{SiO}_2$	88,388
$\text{Al}_2\text{O}_3$	9,065
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,602
$\text{CaO}$	0,407
$\text{MgO}$	0,388
$\text{TiO}_2$	0,355
$\text{SO}_3$	0,188
$\text{K}_2\text{O}$	0,125
$\text{BaO}$	0,087
$\text{ZrO}_2$	0,012
$\text{CuO}$	0,0
Perda ao fogo	0,383

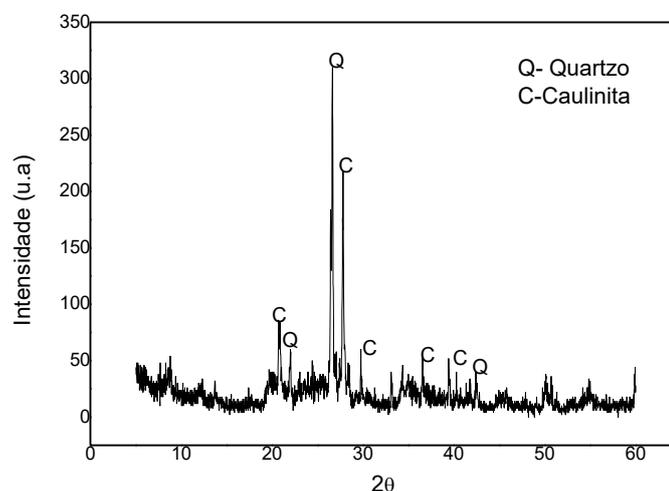
Os resultados obtidos nas análises químicas apresentaram 88,38% de sílica total; praticamente o mesmo valor obtido por Silva (2009), que foi de 88,01% de sílica da diatomita calcinada e/ou fluxo, proveniente do município de Rio do Fogo-RN, assim como 9% de alumina e menos de 1% de óxido de ferro. Como observado na tabela anterior, o rejeito de diatomita apresentou 0,383%, mostrando-se praticamente isento de impurezas. Quimicamente, o rejeito de diatomita tem uma composição rica em sílica e pobre de impurezas.

#### 4.1.1.3 Análise de difração de raios X

Na análise mineralógica da argila (Figura. 4.1) notou-se que é uma argila caulinitica, com quartzo como principal impureza, que reduz a plasticidade da argila. A presença de caulinita nesta amostra contribuiu para uma boa trabalhabilidade e secagem dos produtos cerâmicos. A presença de caulinita obtida no DRX confirma o resultado obtido na fluorescência de raios X, pois, em geral, a argila com elevado teor de alumina apresenta a caulinita como principal argilomineral (SALES, 2008). Na análise química também foi detectado o quartzo, que é uma forma cristalina da sílica.

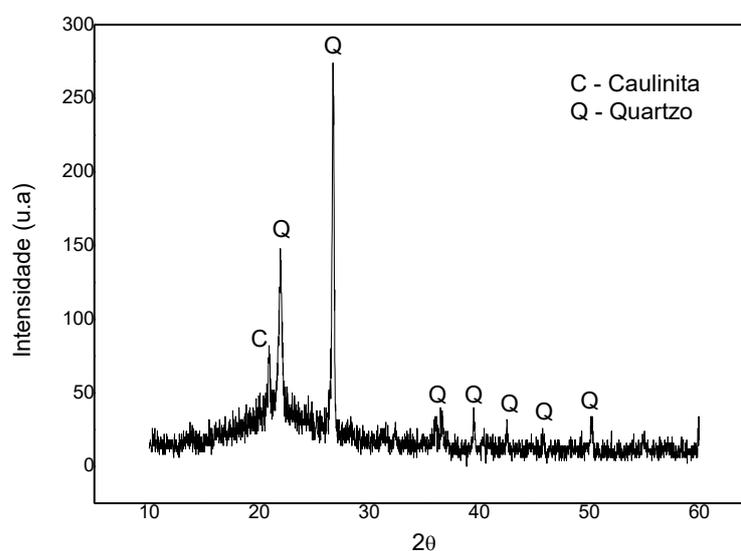
Nas temperaturas entre 500 °C e 600 °C a caulinita perde água e modifica a estrutura para metacaulinita, na qual a estrutura amorfa vai eliminando SiO<sub>2</sub> amorfa, e com aquecimento até 950 °C inicia-se a formação da estrutura de espinélio Al-Si com composição 2Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.3SiO<sub>2</sub>. O quartzo diminui a retração da massa, já que durante a formação de fase líquida se comporta como o esqueleto dos corpos cerâmicos (MONTEIRO et al., 2017).

**Figura 4.1** - Difratoograma de raios X da argila



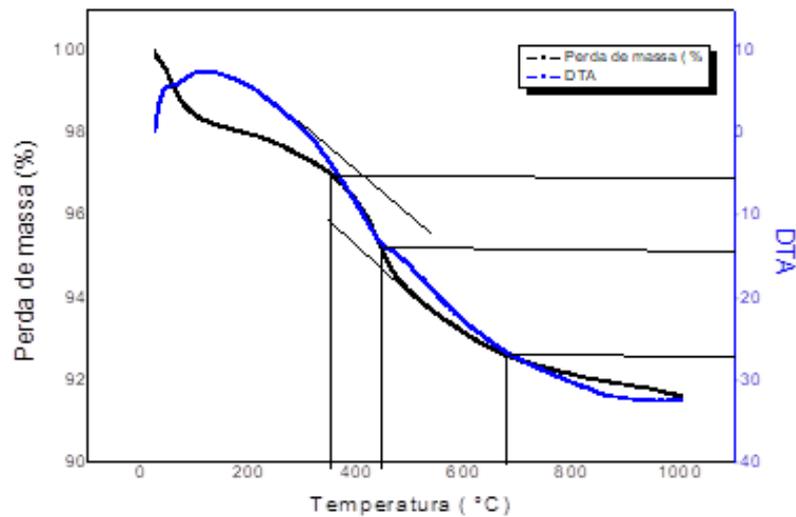
A análise de difração de raios X do rejeito da diatomita foi realizada com o objetivo de identificar as fases cristalinas e amorfas do material. Com base na Figura 4.2, o rejeito de diatomita apresenta a formação de fases cristalinas, além de manter o caráter amorfo característico do material, com picos de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), assim como a presença de caulinita [ $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ] proveniente do material argiloso, apresentando uma grande curvatura correspondente ao material amorfo. É importante destacar que a morfologia foi de tipo navicular, uma característica deste material. A diatomita consiste em partículas cilíndricas com estrutura celular quadrada e superfície composta por microporos, justificando a alta porosidade e a baixa densidade deste material, como foi observado em estudos anteriores (POSI, 2013).

**Figura 4.2** - Difratoograma de raios X do rejeito de diatomita

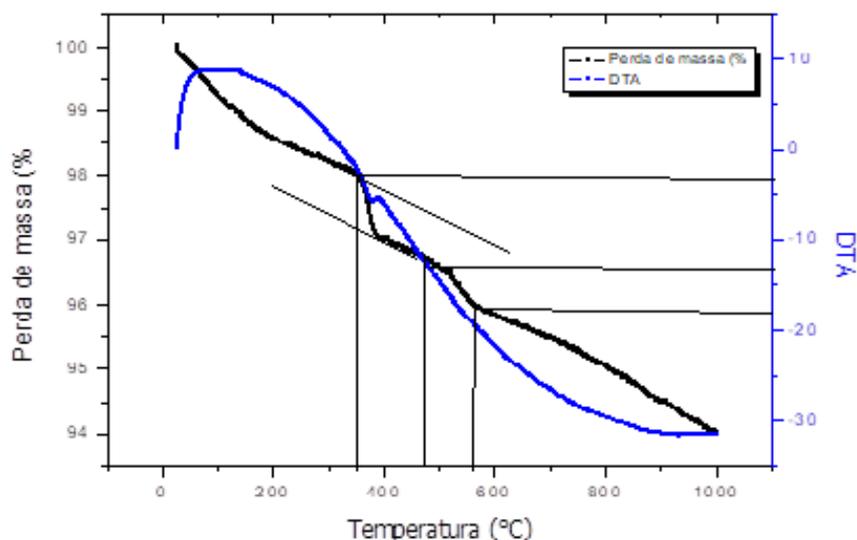


#### 4.1.1.4 Análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA)

Este estudo refere-se às modificações de peso que ocorrem num material quando este é aquecido. Analisando a TGA da amostra (Figura 4.3), verifica-se uma perda de massa total de 8%. Observa-se a formação de dois picos: o primeiro pico está localizado entre as temperaturas de 360 e 460 °C, indicando perda de água por adsorção; o segundo pico surge entre as temperaturas de 450 e 700 °C, indicando perda de hidróxido. Nas temperaturas entre 30 e 100 °C, é verificada uma perda de massa de 2,5% em relação à massa inicialmente fornecida. De 300 a 1000 °C, a perda foi de aproximadamente 5,5%.

**Figura 4.3 - Análise térmica (DTA/TGA) da argila**

A Figura 4.4 apresenta os termogramas da amostra do rejeito de diatomita. Observa-se a formação de dois picos com maior intensidade. O primeiro pico está localizado entre as temperaturas de 360 e 460 °C, indicando perda de água por adsorção; o segundo pico endotérmico, localizado no intervalo das temperaturas entre 470 e 570 °C, é atribuído principalmente à mudança estrutural das fases de sílica presentes na amostra. As curvas do rejeito de diatomita estão relacionadas à maior estabilidade térmica do material (JUNIOR, 2016). O material mostrou perda de massa significativa até 1000 °C (6% no total), apresentando uma maior perda de massa entre 400 e 1000 °C.

**Figura 4.4 - Análise térmica (DTA/DTG) do rejeito de diatomita**

## 4.1.2 Secagem

### 4.1.2.1 Influência dos parâmetros sobre a umidade

O processo de secagem foi realizado conforme descrito na seção de Materiais e métodos. Os dados de perda de massa das amostras para todas as condições apresentadas na Tabela 3.6 foram convertidos em teor de umidade pela Equação 3.6. Para cada réplica, foi calculada a média dos cinco corpos de prova, e o resultado está disponível na Tabela 4.4.

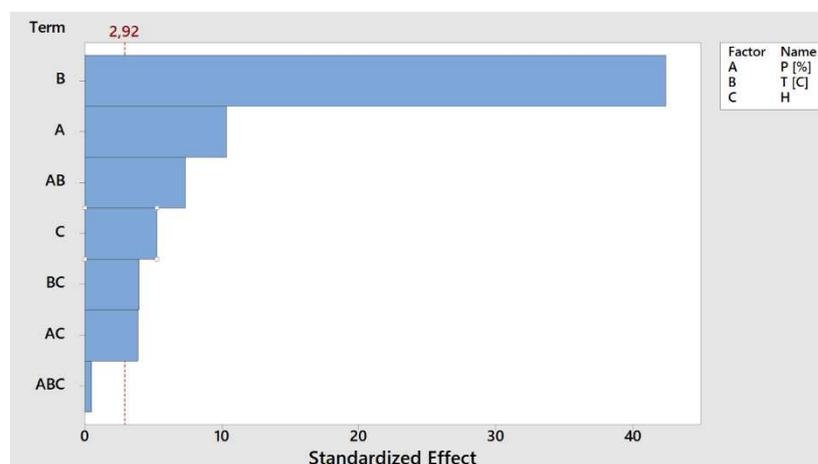
**Tabela 4.4** - Resultados da umidade para o planejamento experimental

	P [%]	T [°C]	H [min]	Resultados [s]		
				Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Experimento 1	10	110	30	0,012	0,016	0,013
Experimento 2	10	110	60	0,028	0,028	0,038
Experimento 3	10	60	30	0,142	0,168	0,171
Experimento 4	10	60	60	0,190	0,209	0,202
Experimento 5	30	110	30	0,025	0,014	0,015
Experimento 6	30	110	60	0,008	0,007	0,010
Experimento 7	30	60	30	0,125	0,110	0,111
Experimento 8	30	60	60	0,134	0,134	0,134

Legenda: P = porcentagem de rejeito; T = temperatura de secagem; H = tempo de homogeneização.

Para analisar os efeitos de cada parâmetro sobre o teor de umidade após o período de secagem, construiu-se, a partir dos resultados do planejamento experimental, um diagrama de Pareto dos efeitos padronizados com significância estatística de 99,99%, conforme apresentado na Figura 4.5.

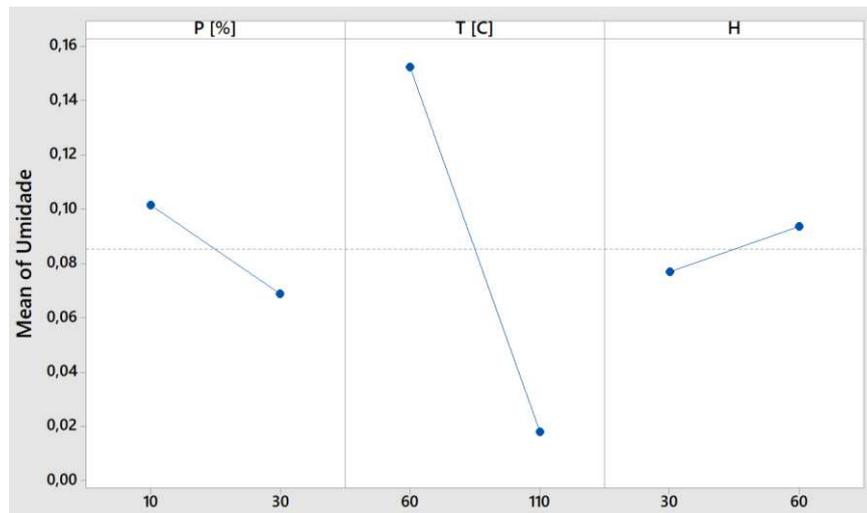
**Figura 4.5** - Diagrama de Pareto para os parâmetros avaliados.



Analisando a Figura 4.5, verifica-se que a temperatura tem uma influência muito maior que os demais parâmetros analisados; tal comportamento ocorre porque a transferência de calor é um fenômeno que induz e controla a transferência de umidade em uma operação de secagem. Depois da temperatura, a porcentagem de diatomita é o segundo parâmetro que mais tem efeito sobre a redução da umidade durante a secagem, indicando que a quantidade de rejeito introduzido nas placas de argila afeta diretamente sua secagem. O efeito da homogeneização e as interações entre os parâmetros também podem afetar a secagem das placas de argila, mas em proporções muito menores do que os dois primeiros parâmetros.

Foi avaliado como cada parâmetro individualmente afeta o teor de umidade final das amostras e o resultado foi plotado no gráfico que é apresentado na Figura 4.6.

**Figura 4.6** – Gráfico das variações de umidade pela variação dos parâmetros avaliados



Observando o comportamento individual de cada parâmetro, verifica-se que, conforme mostrado no diagrama de Pareto, a temperatura apresenta a maior influência dentre os demais parâmetros avaliados, onde ocorre uma queda brusca de umidade quando se aumenta a temperatura da secagem, saindo de 15,25% de umidade a 60 °C para 1,79% de umidade quando o tijolo foi secado a 110 °C.

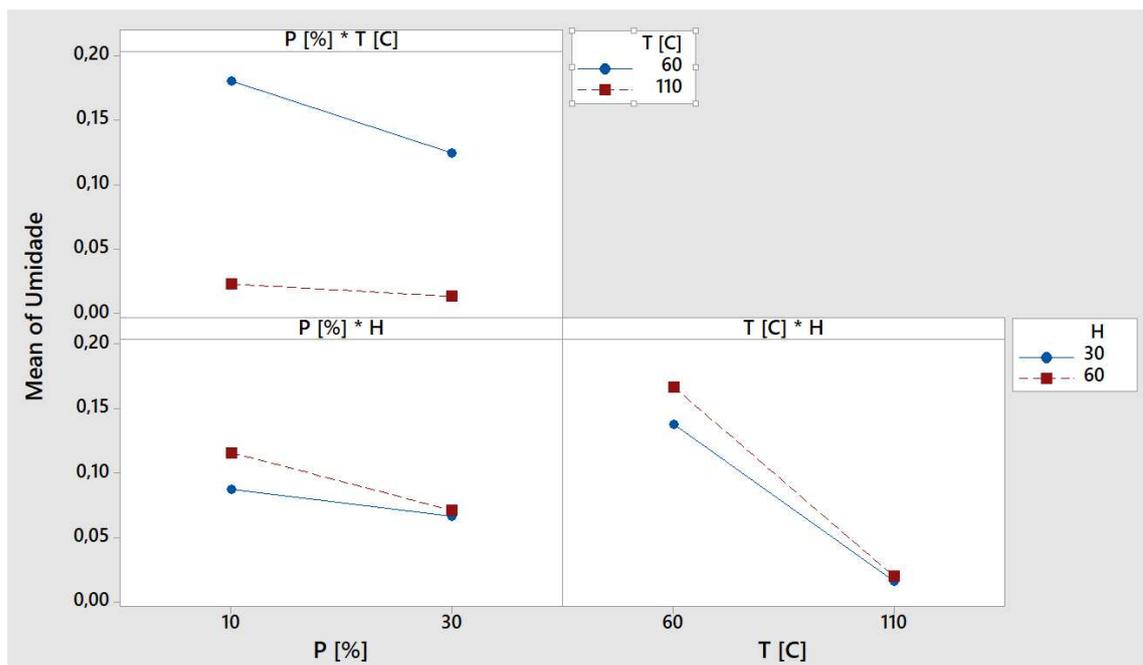
Quando aumentado o teor de rejeito nas placas de argila, observou-se uma queda da umidade após a secagem, porém, em valores bem menores quando comparados aos efeitos da variação de temperatura, o que está em concordância com os resultados obtidos no diagrama de Pareto. Verificou-se um teor de umidade de 6,88% para os corpos de prova com 30% de rejeito, enquanto os corpos de prova com 10% de rejeito apresentaram 10,16% de umidade. Tal comportamento pode ser explicado pela maior porosidade do rejeito em relação à argila, o que

facilita a migração da água do interior da placa cerâmica para a parte externa, onde será evaporada.

Ao contrário do que foi observado nos parâmetros de temperatura e porcentagem de rejeito, a homogeneização da massa apresentou um aumento de umidade quando foi aumentado o tempo de homogeneização, o que implica que, quanto mais homogênea a massa estiver, maior a dificuldade de se retirar água do interior da placa cerâmica. O aumento do tempo de homogeneização produziu uma elevação do teor de umidade menor que aquela produzida pelos parâmetros de temperatura e porcentagem de rejeito, saindo de 7,69%, com uma homogeneização de 30 min, para 9,35%, com uma homogeneização de 60 min.

Analisou-se ainda como a interação entre os parâmetros estudados afeta o teor de umidade final das amostras, sendo este resultado apresentado no gráfico da Figura 4.7.

**Figura 4.7** – Gráfico das variações de umidade pela interação entre os parâmetros avaliados



Observa-se, na interação da porcentagem de rejeito com a temperatura, que, para a temperatura de 60 °C, o efeito da quantidade de rejeito é maior do que para a temperatura de 110 °C, pois, devido ao aumento da porosidade decorrente do incremento do rejeito de diatomita, a água consegue sair mais facilmente do interior do tijolo, requerendo menos energia para isso. Para a secagem a 110 °C, a energia fornecida para o tijolo consegue retirar uma grande quantidade de umidade, assim, o incremento da porcentagem de rejeito na amostra, aumentando sua porosidade, tem influência menor sobre o teor de umidade final.

Na interação entre a porcentagem de rejeito e o tempo de homogeneização, observa-se que, para valores baixos de rejeito nas amostras, o tempo de homogeneização elevado dificulta a saída da água durante a secagem, resultando em teores mais altos de umidade para maiores tempos de homogeneização. Com o aumento da porcentagem de rejeito, porém, observa-se que o teor de umidade das amostras ao fim da secagem é menor tanto para o tempo de homogeneização de 30 min quanto para o tempo de 60 min, chegando a valores muito próximos quando comparados entre si.

Na interação entre temperatura e tempo de homogeneização, foi possível observar, para a temperatura mais baixa, um teor de umidade mais alto na amostra de maior tempo de homogeneização da massa. Quando se eleva a temperatura para 110 °C, o tempo de homogeneização passa a não ter grande influência, pois nota-se uma queda de umidade na amostra submetida a maior tempo de homogeneização, com o teor de umidade se aproximando daquele das amostras com menor tempo de homogeneização. Tal fenômeno pode ter sido acarretado pela maior quantidade de água presente nessa amostra, o que facilitou a sua evaporação a temperaturas maiores, chegando assim ao teor de umidade mínimo para essa temperatura.

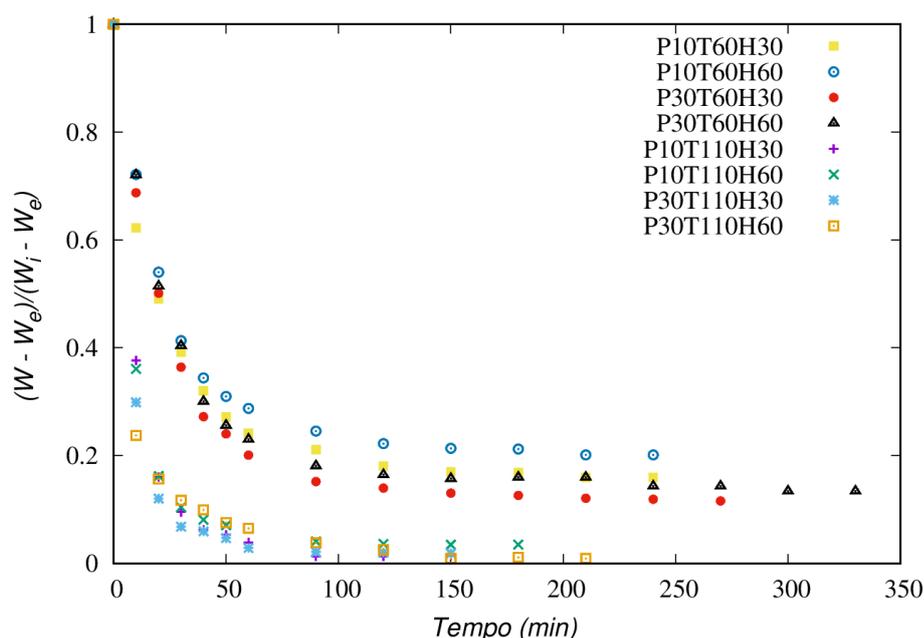
#### *4.1.2.2 Curvas de secagem*

As dimensões iniciais de cada corpo de prova durante a secagem, bem como a umidade relativa no interior da estufa, sua temperatura, área, volume e relação área-volume, encontram-se no Anexo A.

O processo de secagem foi realizado conforme descrito na seção de Materiais e métodos. A partir das três réplicas realizadas, foi calculada a média da perda de massa das amostras para cada um dos experimentos e, posteriormente, esta foi convertida em teor de umidade, com o auxílio da Equação 3.6. O resultado da média do teor de umidade para cada experimento ao longo do tempo está apresentado na Figura 4.18.

A partir dos dados coletados durante os experimentos, construiu-se a curva de secagem para todos os oito ensaios do planejamento experimental apresentado na Tabela 4.4. A curva é apresentada na Figura 4.8.

**Figura 4.8** – Comportamento da umidade dos experimentos



Analisando a Figura 4.8, percebe-se a influência da temperatura durante a secagem das placas de argila: as quatro curvas que representam a temperatura de 60 °C estão um pouco acima das curvas de 110 °C, indicando maior presença de água nas placas (resultado já observado na Figura 4.7). Explorando as curvas de 60 °C, também foram perceptíveis os efeitos da porcentagem do rejeito de diatomita e do tempo de homogeneização do meio. Comparando a curva P10T60H30 com a curva P30T60H30, observou-se que esta última está abaixo da primeira, o que significa que ela perde mais umidade durante a secagem devido ao incremento do rejeito nas placas de argila, resultado também identificado nas análises anteriores. Comparando agora as curvas P10T60H30 e P10T60H60 ou a curva P30T60H30 com a curva P30T60H60, ratificam-se os resultados obtidos anteriormente, isto é, quanto maior o tempo de homogeneização do material, menor é a facilidade de perder água durante a secagem.

As curvas da temperatura de 100 °C repetem o comportamento das curvas de 60 °C para a análise do tempo de homogeneização e da porcentagem de rejeito nas placas, porém com diferenças menos significativas entre elas, resultando praticamente no mesmo teor de umidade na parte final da secagem.

A Figura 4.8 apresenta o comportamento dos teores de umidade para todos os oito experimentos descritos na Tabela 3.6. Observa-se a influência de cada um dos parâmetros analisados, ficando clara a maior influência da temperatura durante o processo da secagem, com as quatro primeiras curvas representando a temperatura de 60 °C e as demais curvas, a secagem à temperatura de 110 °C. Esse comportamento mostra que a temperatura é o principal fator que

acelera ou retarda o tempo de secagem, uma vez que as curvas de 110 °C atingem menores valores de umidade nas amostras quando considerado o mesmo tempo. Uma segunda conclusão que se pode inferir é que a temperatura de 60 °C não forneceu energia suficiente para retirar toda a umidade das amostras, uma vez que os teores de umidade se estabilizaram próximos a 20%.

Quanto ao efeito da porcentagem de rejeito de diatomita presente na amostra, observa-se que as curvas de 30% de rejeito atingem teores de umidade menores que as curvas de 10%, podendo-se concluir que o aumento da porcentagem de rejeito de 10 para 30% facilitou a saída de umidade dos tijolos cerâmicos. Costa et al. (2021) avaliaram o efeito da homogeneização da massa com uso de rejeito de diatomita em placas de argila, observando que quanto maior o tempo de homogeneização do material, menor é sua facilidade de perder água durante a secagem.

#### 4.1.3 Análise das propriedades físico-mecânicas pós-queima

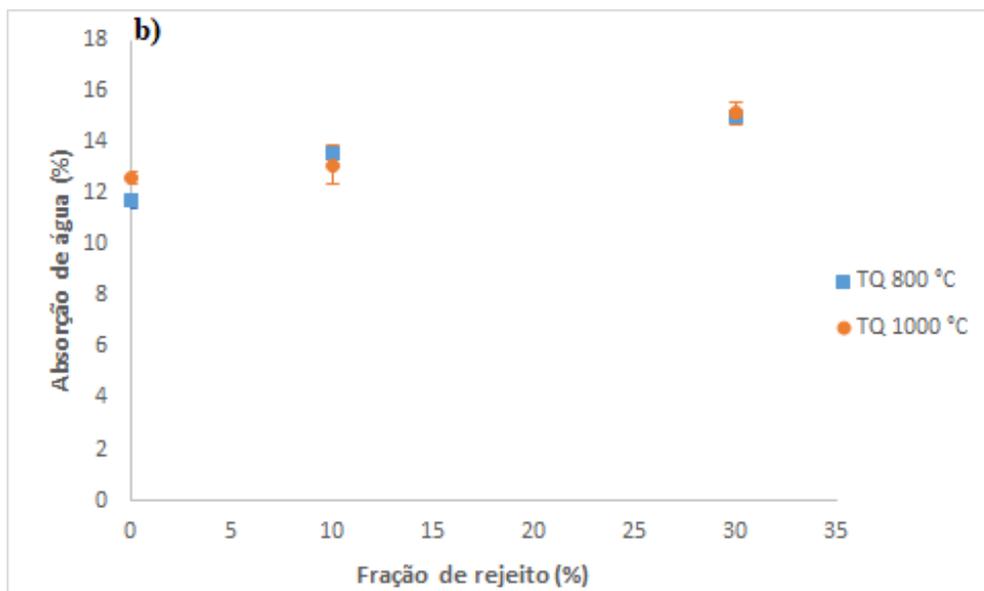
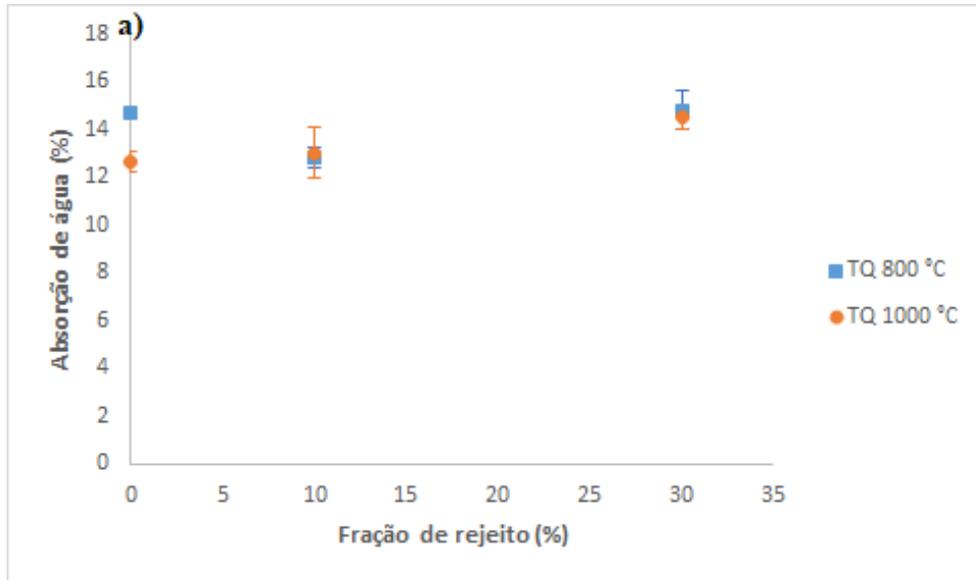
##### *4.1.3.1 Análise da absorção de água*

A absorção de água (AA), considerada uma medida indireta da porosidade aparente, é um fator fundamental para melhorar a durabilidade de peças cerâmicas, dado que quanto menor sua AA, maior é a resistência a condições do ambiente externo (QUESADA et al.,2011).

Na Figura 4.9, observa-se a absorção de água para o tempo de homogeneização de 30 e 60 min, respectivamente. Em razão das temperaturas de queima de 800 e 1000 °C, os valores são crescentes conforme a incorporação do rejeito de diatomita. A microestrutura da diatomita, por ter uma morfologia porosa, retém maiores quantidade de água quanto maior for a quantidade da adição mineral utilizada, e os valores encontrados estão dentro do limite admissível. O rejeito de diatomita, por ter maior porcentagem de quartzo, apresenta maior valor de absorção de água, em função da maior porosidade.

De acordo com a ABNT NBR 15270-1 (2005), o valor máximo de absorção de água para corpos cerâmicos é de 22%.

**Figura 4.9-a)** Absorção de água para tempo de homogeneização de 30 min; b) Absorção de água para tempo de homogeneização de 60 min



Na Figura 4.9-a, para o tempo de homogeneização de 30 min, verifica-se que o índice de absorção de água baixou quando foram adicionados 10% de rejeito para a temperatura de queima de 800 °C, e voltou a aumentar com a adição de percentuais de rejeito.

Desta forma, a formulação de 30% foi a que obteve maiores valores de absorção de água. A adição do rejeito de diatomita como agente poroso acabou aumentando a capacidade de absorção nas amostras em aproximadamente 3%. De modo geral, a variação na absorção de

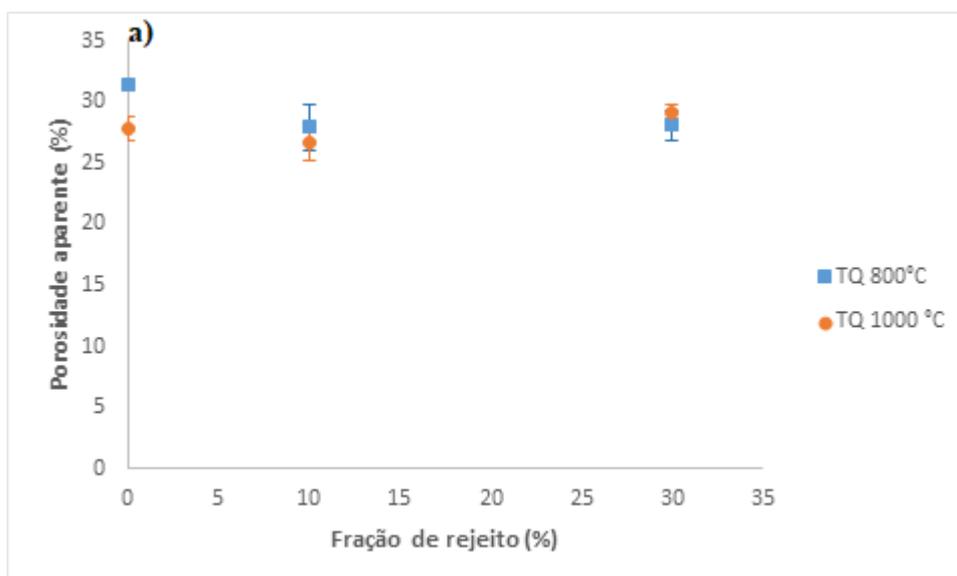
água pode estar relacionada com os minerais componentes da amostra, assim como o grau de alteração destes e sua granulometria.

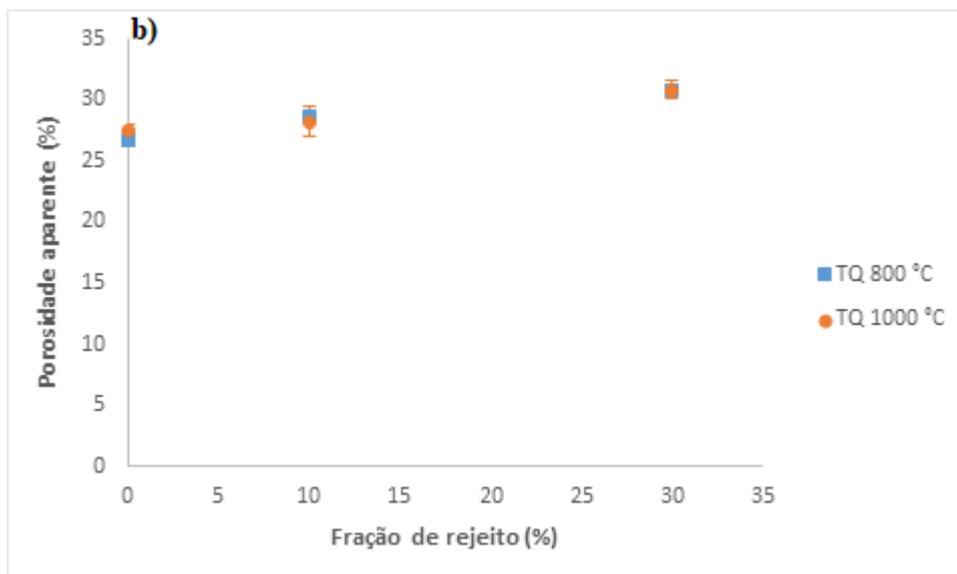
#### 4.1.3.2 Porosidade aparente

A porosidade aparente teve um acréscimo conforme a incorporação de rejeito de diatomita, sendo a maior média de valores alcançada pela formulação 30% de rejeito, conforme a Figura 4.10. A porosidade é um fator diretamente ligado à quantidade de água utilizada na mistura que não foi consumida na hidratação do cimento. Esta água fica livre e forma poros na estrutura da amostra (BRANCO, 2014).

Na Figura 4.10-a, com tempo de homogeneização de 30 min, pode ser observado que, para a composição de 10% de rejeito de diatomita, a porosidade aparente diminuiu em relação às outras composições. Contudo, na Figura 4.10-b, com o tempo de homogeneização de 60 min, tanto para as temperaturas de queima de 800 como de 1000 °C, à medida que foi adicionado o rejeito, a porosidade aparente foi aumentando. O aumento da porosidade aberta pode ser atribuído à facilidade da diatomita para absorver água e retê-la.

**Figura 4.10** - a) Porosidade aparente para tempo de homogeneização de 30 min; b) Porosidade aparente para tempo de homogeneização de 60 min





Efetuada a mesma análise, as propriedades de absorção de água e porosidade aberta são diretamente proporcionais, e a proporcionalidade das propriedades é coerente, pois são diretamente influenciadas pela quantidade de água adicionada na mistura, que, por sua vez, foi crescente conforme a quantidade de diatomita substituída na amostra.

Conforme sugerido por Souza Santos (1989), as porosidades abaixo dos valores máximos de 35% para uma temperatura de 950 °C e 30% para uma temperatura de 1250 °C podem ser considerados parâmetros aceitáveis para a cerâmica vermelha.

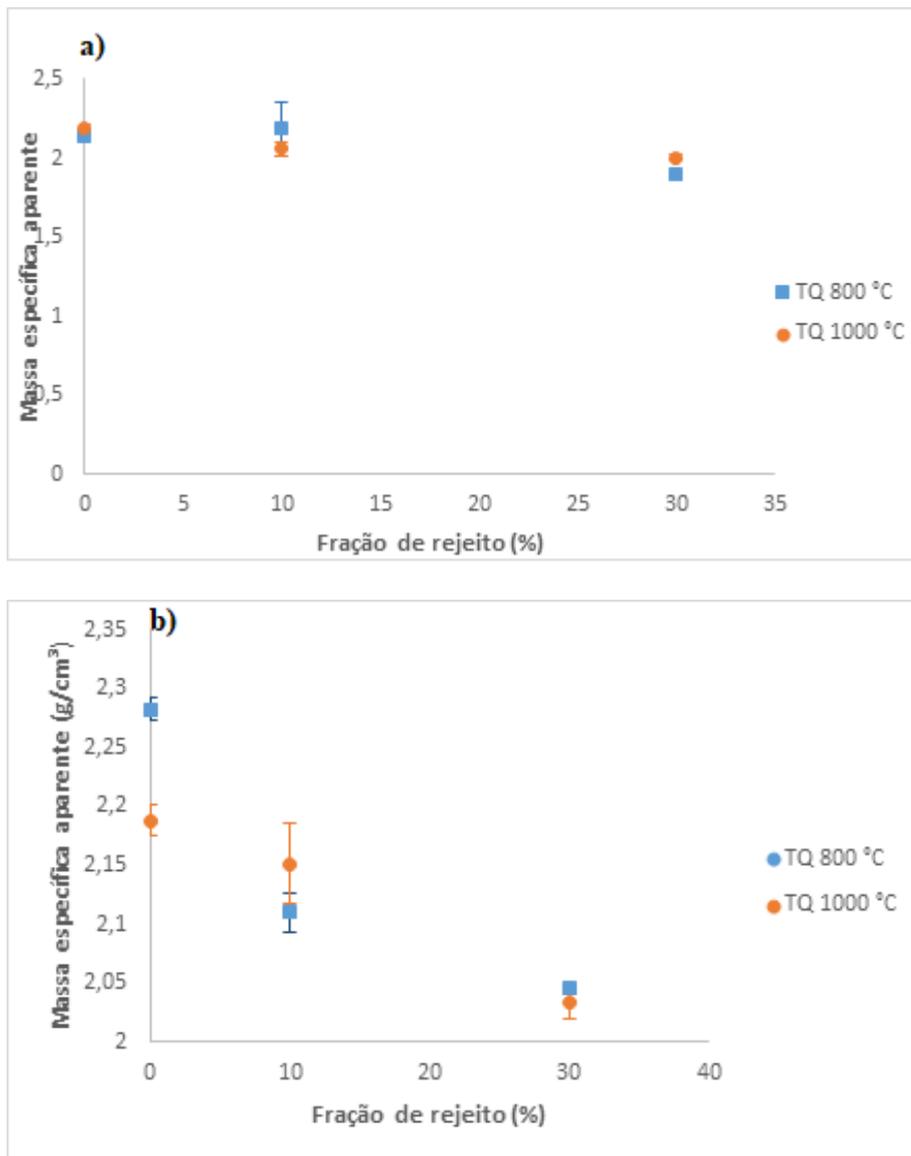
#### 4.1.3.3 Massa específica aparente

Os resultados referentes à massa específica aparente indicam uma queda conforme a quantidade de argila substituída por rejeito de diatomita (RD), sendo REF a formulação com maior massa específica aparente, a 10% RD mais evidenciada na Figura 4.11-a com o tempo de homogeneização de 30 min para a temperatura de queima de 800 °C. A formulação com o menor valor do parâmetro foi a de 30% de RD para ambos os tempos de homogeneização e temperaturas de queima. O desempenho era esperado devido à quantidade de água utilizada em cada formulação ser crescente e formar poros, diminuindo desta forma a massa específica aparente (BAUER, 2019). Os resultados podem ser analisados conforme a Figura 4.11.

Essa redução de volume de filtrado se deu em função da grande capacidade de absorção de água da diatomita, devido à porosidade que este material apresenta, acarretando maior retenção de água (SANTOS et al. 2015).

A massa específica aparente está diretamente ligada à porosidade aparente e à absorção de água, sendo que quanto menores esses valores, maiores os valores de massa específica aparente das placas de argila queimadas, já que quanto maior a densificação da matéria-prima durante a queima, menos vazios existirão nas peças queimadas e maiores serão suas massas específicas aparentes.

**Figura 4.11** - a) Massa específica aparente para tempo de homogeneização de 30 min; b) Massa específica aparente para tempo de homogeneização de 60 min



A densidade máxima permitida para a cerâmica vermelha fica abaixo de 2,7% (SOUZA SANTOS, 1989). Os dados obtidos revelam que todas as amostras estiveram dentro do valor permitido.

#### 4.1.3.4 Retração linear pós-queima

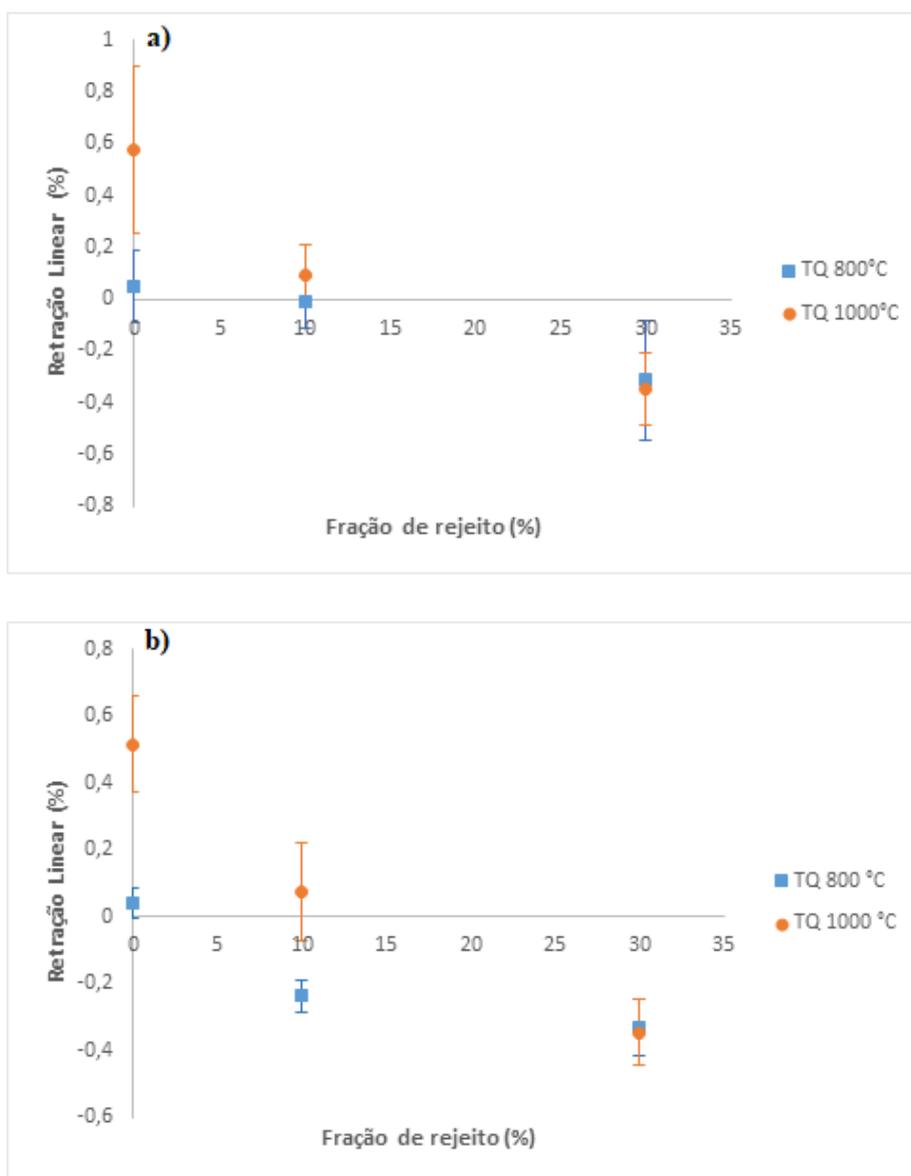
A RLQ (Figura 4.12) também é um parâmetro importante para garantir a qualidade dos produtos cerâmicos, já que excessiva retração pode causar deformações das peças durante a queima ou criar tensões acima da resistência do material, levando à formação e propagação de trincas (BACCOUR, 2009).

Para as composições sintetizadas a 1000 °C, houve uma variação da RLQ com adições de até 10% de rejeito de diatomita, especificamente para o tempo de homogeneização de 30 min. (Figura 4.12-a). À medida que o percentual de rejeito foi aumentado, observou-se diminuição na RLQ, aumentando seu volume devido à vaporização das moléculas de água que se encontravam entre as camadas. Isso indica que a mistura de argila e rejeito de diatomita é menos suscetível a sofrer patologias associadas ao processo de queima. Portanto, a adição desses rejeitos à referente mistura melhora seu comportamento durante o processo de queima, O incremento do rejeito dificultou o processo de sintetização.

No entanto, apesar de precisar de mais água para o processo de modelagem, todas as misturas feitas com resíduos mostram menores valores de retração linear. Isso se deve ao fato de que a incorporação desse rejeito na sua formulação facilitou a saída de água da parte interna da peça, por serem misturas mais porosas (menos densas), quando uma maior rede de porosidade capilar é formada e a tensão que o material sofre durante o processo de secagem é reduzida. Isso indica que a mistura de argila e rejeitos de diatomita é menos suscetível a sofrer patologias associadas ao processo de secagem e queima.

O rejeito argiloso comportou-se como uma massa ideal, mantendo sua estabilidade dimensional.

**Figura 4.12** - a) Retração linear de queima para tempo de homogeneização de 30 min; b) Retração linear de queima para tempo de homogeneização de 60 min



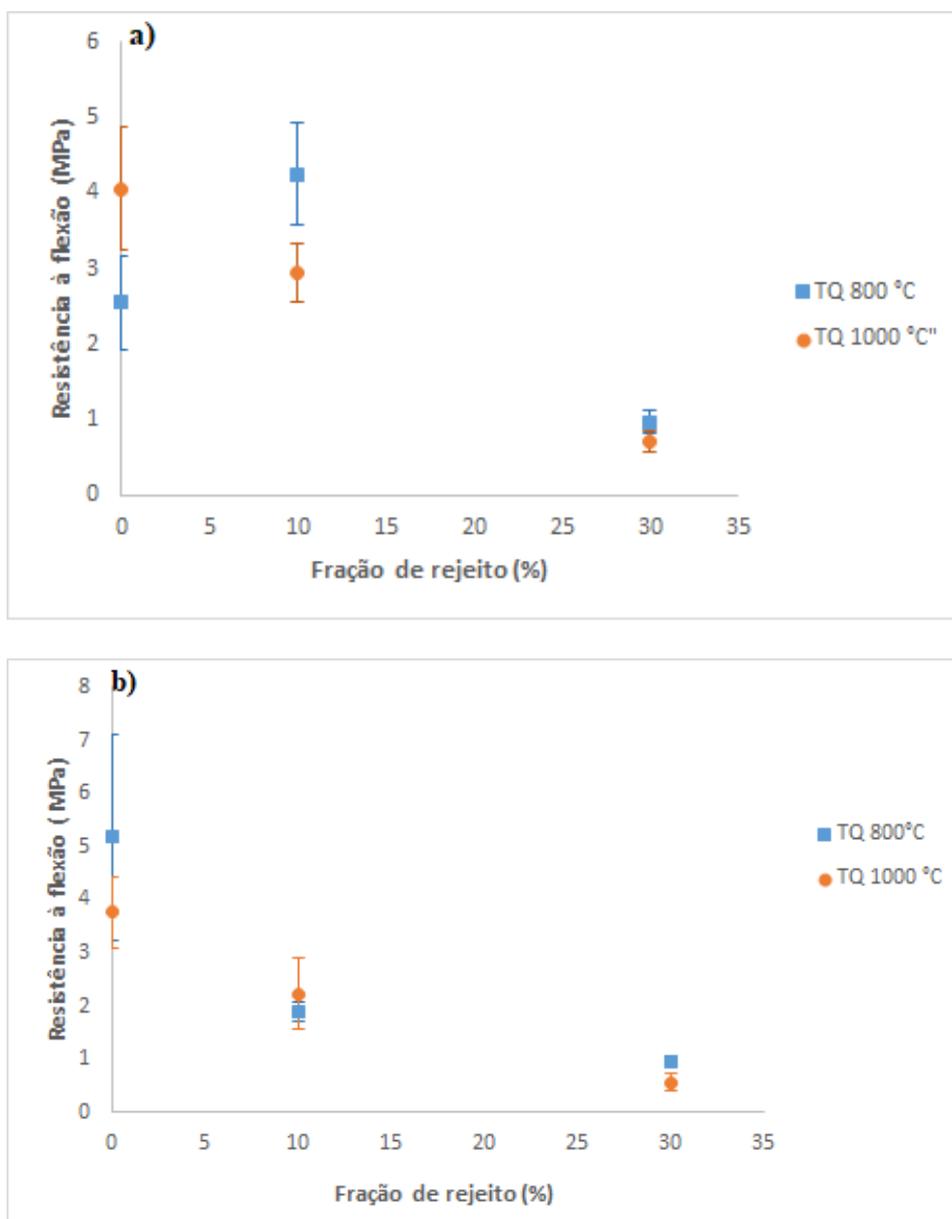
#### 4.1.3.5 Resistência a flexão em três pontos

Os resultados médios de resistência à tração na flexão das amostras estudadas estão apresentados na Figura 4.13-a e 4.13-b. Na Figura 4.13-a, pode ser observado um aumento na resistência a flexão, em ambas as temperaturas de síntese, nas amostras de 10% de rejeito de diatomita em relação à amostra de referência (0% de rejeito), com o tempo de homogeneização de 30 min. Porém, para a formulação de 30%, a resistência voltou a diminuir gradativamente com valores menores do que os apresentados pela amostra de referência. Para

o tempo de homogeneização de 60 min e para ambas temperaturas de sintetização, a resistência reduziu de forma linear à medida que foi incorporando o rejeito de diatomita nas amostras.

O aumento de resistência à tração nas amostras de 10% rejeito de diatomita podem resultar, segundo Agopyan *et al.* (1997), da diatomita ser rica em fibras naviculares, que conferem maior capacidade de absorção de energia, resistência à flexão e ao impacto.

**Figura 4.13** - a) Resistência à flexão em 3 pontos para tempo de homogeneização de 30 min; b) para tempo de homogeneização de 60 min



De acordo com a ABNT NBR 15270-1:2005 – Componentes cerâmicos, a tensão mínima de ruptura à flexão para blocos cerâmicos de vedação é de 1,5 Mpa.

## 4.2 Resultados teóricos

### 4.2.1 Resultados dos modelos experimentais

Com as curvas de secagem construídas para cada experimento da Tabela 3.6, ajustaram-se os coeficientes experimentais das equações apresentadas na Tabela 3.7. O grau de concordância entre os modelos analisados com os dados experimentais foi avaliado e é apresentado nas Tabelas 4.5, 4.6 e 4.7.

Na Tabela 4.5, estão presentes os valores do parâmetro estatístico do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para os modelos de Newton, Page e Henderson. Esse teste mostra o grau de ajuste dos modelos avaliados em relação aos dados experimentais. Pela média dos resultados de todos os 24 experimentos, observou-se que o modelo de Page é mais representativo do que os de Newton e Henderson, tendo uma média de 95,6% enquanto Newton e Henderson apresentaram 78% e 78,57%, respectivamente.

**Tabela 4.5** – Resultado do teste do coeficiente de determinação ( $R^2$ )

	$R^2$								
	Newton			Page			Henderson		
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 1	Rep 2	Rep 3
Exp. 1	98,85	99,09	97,72	99,49	99,75	99,45	98,71	98,99	97,46
Exp. 2	93,06	96,58	94,42	97,52	99,08	97,98	92,42	96,24	93,86
Exp. 3	60,14	30,68	28,19	94,80	95,00	91,82	61,75	38,73	31,78
Exp. 4	48,94	53,28	49,39	92,38	90,67	91,69	53,95	56,77	53,87
Exp. 5	97,48	97,6	98,38	99,19	99,44	99,50	97,18	97,36	98,19
Exp. 6	85,09	90,92	94,48	98,85	98,26	98,58	83,78	90,12	94,00
Exp. 7	75,22	83,85	81,31	91,94	93,54	92,19	74,42	83,29	80,50
Exp. 8	71,78	74,28	68,52	91,45	91,24	90,93	71,01	73,47	67,86
Média	78,82	78,29	76,89	95,70	95,87	95,27	79,15	79,37	77,19

Na Tabela 4.6 estão os resultados dos testes estatísticos do chi-quadrado ( $\chi^2$ ) para os modelos de Newton, Page e Henderson. Essa análise avalia qualitativamente a relação entre os resultados experimentais e os resultados apresentados pelos modelos, de modo que, quanto menor for o valor do teste, melhor será a resposta do modelo avaliado. Portanto, pela média dos resultados de todos os 24 experimentos, nota-se que, nesse teste, o modelo de Page também obteve os melhores resultados.

**Tabela 4.6** – Resultado do teste estatístico do chi-quadrado

	$\chi^2$								
	Newton			Page			Henderson		
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Rep 1	Rep 2	Rep 3
Exp. 1	0,0007	0,0004	0,0012	0,0003	0,0001	0,0003	0,0007	0,0005	0,0013
Exp. 2	0,0025	0,0013	0,0020	0,0009	0,004	0,0007	0,0027	0,0014	0,0022
Exp. 3	0,0119	0,0149	0,0154	0,0016	0,0011	0,0018	0,0114	0,0132	0,0146
Exp. 4	0,0175	0,0174	0,0180	0,0026	0,0035	0,0026	0,0158	0,0161	0,0164
Exp. 5	0,0012	0,0010	0,0006	0,0004	0,0002	0,0002	0,0013	0,0011	0,0007
Exp. 6	0,0028	0,0021	0,0014	0,0002	0,0004	0,0004	0,0030	0,0023	0,0015
Exp. 7	0,0091	0,0066	0,0073	0,0030	0,0026	0,0031	0,0094	0,0068	0,0282
Exp. 8	0,0119	0,0104	0,0123	0,0036	0,0035	0,0036	0,0122	0,0107	0,0126
Média	0,0072	0,0068	0,0068	0,0016	0,0015	0,0016	0,0071	0,0065	0,0097

Encontramos na Tabela 4.7 os resultados do teste estatístico dos mínimos quadrados (*RMSE*) para os modelos de Newton, Page e Henderson. Neste resultado, obteve-se a soma das diferenças dos valores estimados pelo modelo em relação aos dados obtidos pelo experimento, e essa diferença é elevada ao quadrado. De forma semelhante ao teste do chi-quadrado, quanto menor for o valor do teste, melhor será a resposta do modelo avaliado. A partir do exposto, foi encontrado o modelo de Page como o de menor valor do somatório dos resíduos ao quadrado, indicando assim um melhor ajuste em relação aos modelos de Newton e Henderson.

**Tabela 4.7** – Resultado do teste estatístico do RMSE

	<i>RMSE</i>								
	Newton			Page			Henderson		
	Rep1	Rep 2	Rep 3	Rep1	Rep 2	Rep 3	Rep 1	Rep 2	Rep 3
Exp. 1	0,0257	0,0204	0,0342	0,0172	0,0107	0,0168	0,0271	0,0215	0,0361
Exp. 2	0,0496	0,0361	0,0443	0,0297	0,0188	0,0267	0,0519	0,0378	0,0465
Exp. 3	0,1090	0,1223	0,1241	0,0936	0,0328	0,0419	0,1068	0,1149	0,1209
Exp. 4	0,1324	0,1220	0,1342	0,0511	0,0590	0,0544	0,1257	0,1270	0,1282
Exp. 5	0,0339	0,0313	0,0248	0,0192	0,0153	0,0139	0,0359	0,0331	0,0263
Exp. 6	0,0526	0,0455	0,0377	0,0146	0,0199	0,0191	0,0549	0,0475	0,0393
Exp. 7	0,0955	0,0811	0,0857	0,0544	0,0513	0,0554	0,0970	0,0825	0,0875
Exp. 8	0,1090	0,1018	0,1111	0,0600	0,0594	0,0595	0,1104	0,1034	0,1122
Média	0,0760	0,0713	0,0745	0,0425	0,0334	0,0360	0,0762	0,0710	0,0746

Conforme apresentado nas Tabelas 4.5, 4.6 e 4.7, foi observado que os modelos de Newton e de Henderson apresentaram resultados próximos entre si. Porém, o modelo que apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais avaliados foi o de Page. Esse modelo foi,

portanto, o escolhido para representar a cinética de secagem das placas cerâmicas com rejeito de diatomita.

Conforme apresentado na Tabela 3.7, o modelo de Page tem a necessidade de estimar dois parâmetros de ajustes, encontrados aplicando o método de otimização de Levenberg-Marquardt. Esses parâmetros foram obtidos para os experimentos apresentados na Tabela 3.6, e seus valores para cada réplica estão apresentados na Tabela 4.8.

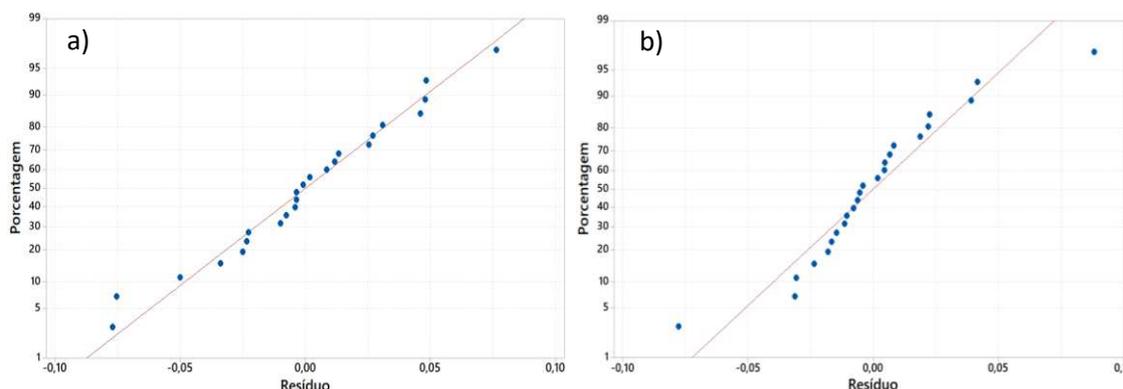
**Tabela 4.8** – Valores dos parâmetros de ajuste do modelo de Page

	$Q [s^{-1}]$			$N [ ]$		
	<i>Rep 1</i>	<i>Rep 2</i>	<i>Rep 3</i>	<i>Rep 1</i>	<i>Rep 2</i>	<i>Rep 3</i>
<i>Exp. 1</i>	0,1645	0,1700	0,2296	0,7695	0,7846	0,6616
<i>Exp. 2</i>	0,3410	0,2704	0,2939	0,5161	0,6144	0,5680
<i>Exp. 3</i>	0,1996	0,2110	0,2383	0,4525	0,4219	0,4021
<i>Exp. 4</i>	0,1877	0,1716	0,1896	0,4302	0,4460	0,4266
<i>Exp. 5</i>	0,3056	0,3200	0,2667	0,6053	0,6030	0,6760
<i>Exp. 6</i>	0,4280	0,3293	0,2620	0,4579	0,5324	0,6098
<i>Exp. 7</i>	0,1753	0,1418	0,1524	0,4945	0,5538	0,5368
<i>Exp. 8</i>	0,1877	0,1796	0,1904	0,4535	0,4703	0,4471

Em qualquer planejamento experimental, sempre se recomenda examinar os resíduos, bem como verificar a violação das suposições básicas que poderiam invalidar os resultados. Montgomery (2016) recomenda a análise da variância, observando se os dados apresentam um comportamento de distribuição normal e se eles são independentemente distribuídos. Essas suposições devem ser verificadas por meio da análise dos gráficos dos resíduos.

Pode-se verificar a suposição de normalidade através dos gráficos de probabilidade normal apresentados na Figura 4.14.

**Figura 4.14** – Gráfico de probabilidade normal a) N; b) Q

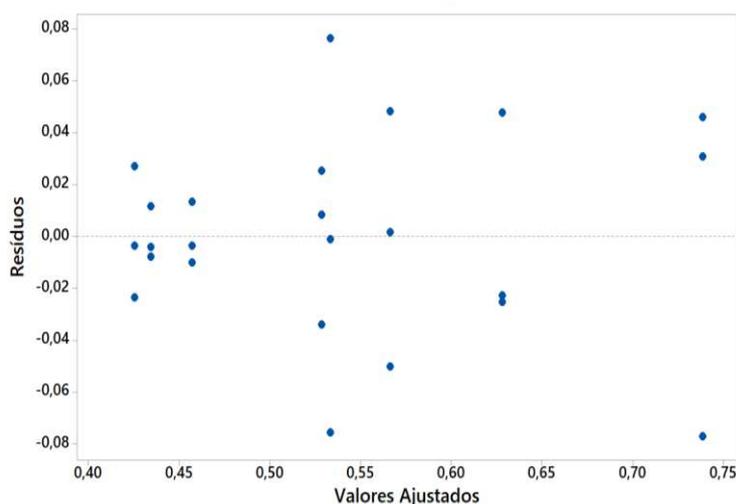


Analisando os gráficos de probabilidade normal para os parâmetros N e Q do modelo de Page, observa-se que no gráfico do parâmetro N, os pontos dos dados experimentais seguem a linha de distribuição ajustada, indicando que a distribuição normal parece ser um ajuste para os dados. Já para o gráfico do parâmetro Q, verifica-se que a maioria dos pontos dos dados experimentais segue a linha da distribuição normal, porém os pontos das extremidades do eixo  $x$  estão a uma certa distância, o que sugere uma distribuição com dois pontos *outliers*. Portanto, podemos concluir que tanto o parâmetro N quanto o parâmetro Q apresentam comportamento normal, atingindo assim a recomendação de Montgomery (2016) para que as observações sejam normais.

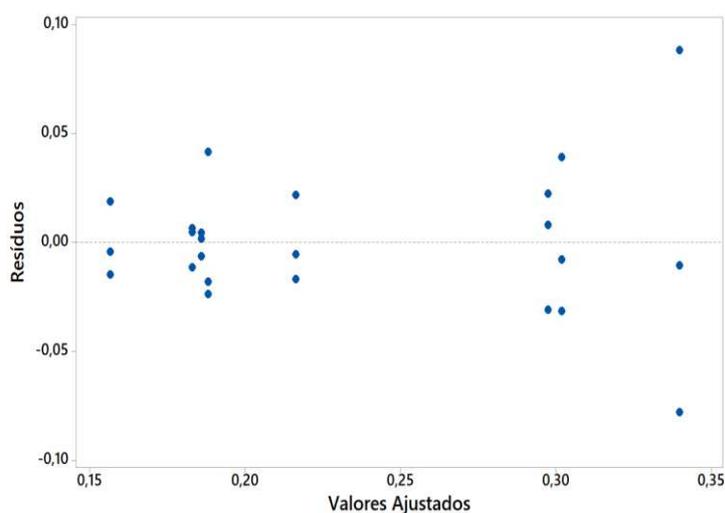
A verificação da suposição de distribuição independente da variância foi obtida por meio da análise do gráfico de resíduos *versus* valores ajustados (Figura 4.15).

**Figura 4.15** – Gráfico de resíduos *versus* valores ajustados a) N; b) Q

a)



b)



Estudando agora os gráficos de resíduos *versus* os valores ajustados dos parâmetros N e Q, verifica-se que, em ambos os gráficos, os pontos estão aleatoriamente distribuídos em ambos os lados da linha e sem padrões reconhecidos, indicando que a variância considera que as observações sejam independentemente distribuídas, conforme a recomendação de Montgomery (2016).

Com base nos valores estimados dos parâmetros Q e N, e uma vez que a análise de variância demonstrou que as observações foram normais e independentemente distribuídas, por meio do ajuste de um modelo de regressão aos dados, desenvolveram-se as Equações 4.1 e 4.2 para estimar os parâmetros Q e N em função da porcentagem em massa de rejeito de diatomita, da temperatura de secagem e da homogeneização do material.

$$Q = 0,703 - 0,02432P - 0,00654T - 0,01072H + 0,000303PT + 0,000373PH + 0,000143TH - 0,000004PTH \quad (4.1)$$

$$N = -0,491 + 0,0314P + 0,01360T + 0,01203H - 0,000371PT - 0,000449PH - 0,000173TH + 0,000005PTH \quad (4.2)$$

Calculou-se o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para as Equações 4.1 e 4.2, obtendo-se um ajuste 81,7% para o parâmetro  $k$  e um ajuste 87,98% para o parâmetro  $n$ , quando comparado com os dados da Tabela 4.8. Para avaliar a precisão dos modelos dos parâmetros de Page, estimaram-se os valores de Q e N para as condições apresentadas na Tabela 4.9.

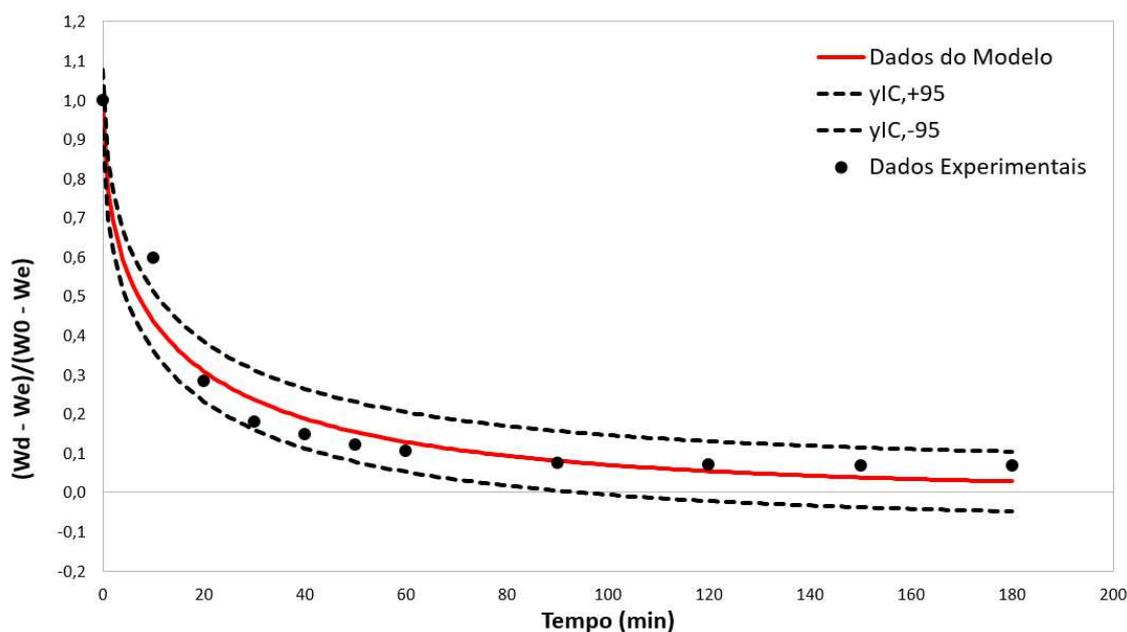
**Tabela 4.9** – Parâmetros para validação dos modelos desenvolvidos para Page

	P	T	H	Q	N
Validação 1	20	80	45	0,2583	0,50585
Validação 2	10	60	30	0,2249	0,4212
Validação 3	30	110	60	0,4339	0,4845

Legenda: P = porcentagem de rejeito; T = temperatura de secagem; H = tempo de homogeneização.

Com os valores estimados de Q e N e com o auxílio da equação de Page, construíram-se as curvas de secagem para as condições apresentadas na Tabela 4.9. Compararam-se os resultados do modelo proposto com dados experimentais, traçando um intervalo estatístico de 99% de confiança, conforme apresentado na Figura 4.16.

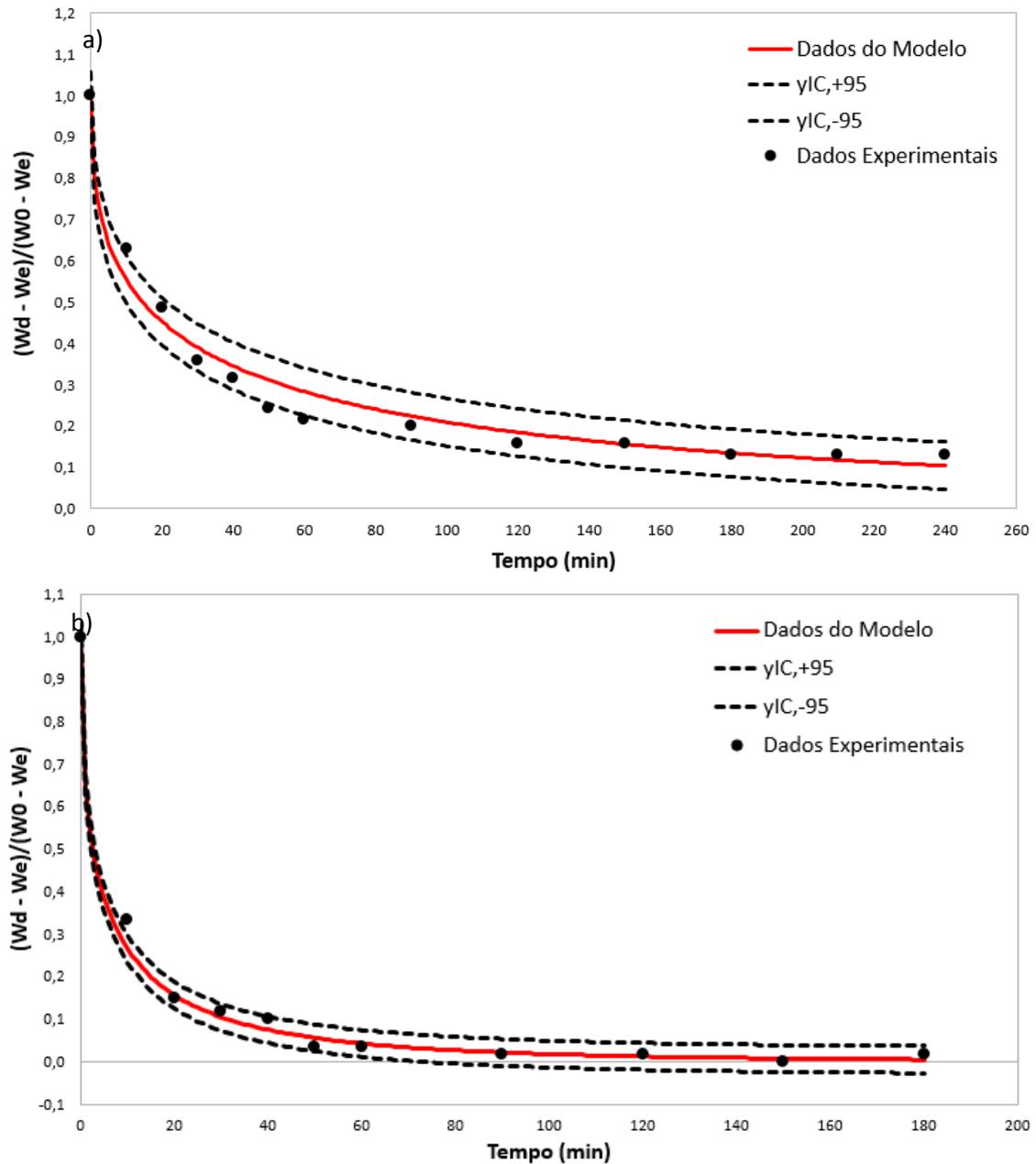
**Figura 4.16** – Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto (P20T80H45)



A Figura 4.16 representa a curva da validação 1, em que os parâmetros de porcentagem de diatomita, temperatura de secagem e tempo de homogeneização estão no ponto central do planejamento experimental. Analisando o gráfico, observa-se que a curva gerada pelo modelo de Page, com os coeficientes experimentais estimados a partir das Equações 4.1 e 4.2, apresenta uma boa aproximação quando comparada aos dados experimentais. A maior parte dos pontos experimentais se apresenta dentro do intervalo de confiança, tendo apenas o segundo ponto se distanciando um pouco da curva, o que pode indicar um erro ocorrido durante o experimento.

A Figura 4.17-a apresenta a curva da validação 2, enquanto a Figura 4.17-b apresenta a curva de validação 3.

**Figura 4.17** - Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto a) P10T60H30 e b) P30T110H60



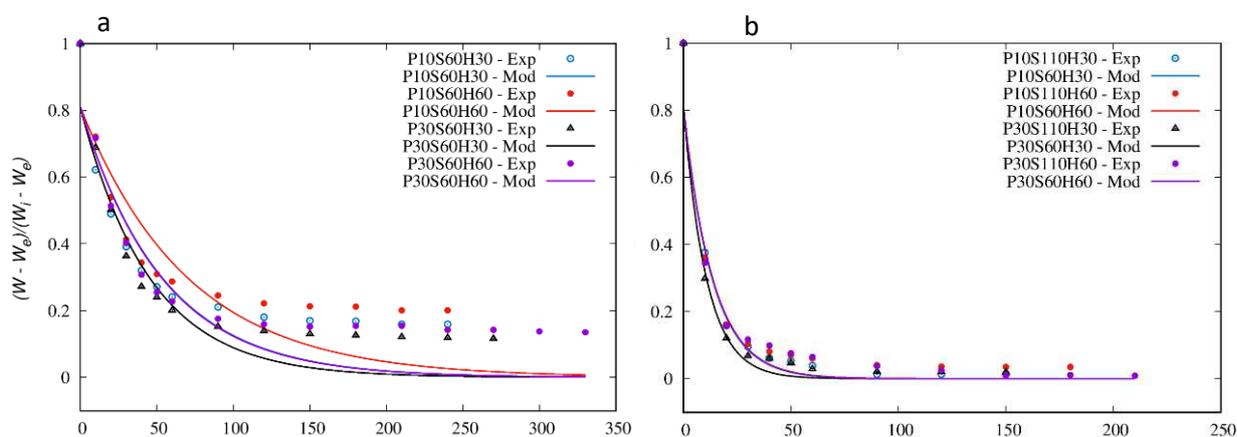
Esses pontos foram escolhidos por representarem os menores e os maiores valores dos fatores avaliados no planejamento experimental. Analisando a Figura 4.17, constata-se que todos os pontos experimentais estão dentro ou em cima das linhas que traçam os intervalos de confiança, indicando que o modelo de Page, com os coeficientes experimentais estimados pelas Equações 4.1 e 4.2, apresentou uma boa aproximação quando comparado com os dados experimentais.

## 4.2.2 Resultados dos modelos analíticos

### 4.2.2.1 Difusividade mássica

A partir do comportamento observado na Figura 4.18 em relação às curvas de 60 °C, pode-se dizer que o modelo proposto pela Equação 3.7 não é capaz de prever o comportamento da retirada da umidade, pois o modelo utilizado tem como premissa que a resistência de transferência de massa da superfície é desprezível em relação às resistências internas das amostras, o que levaria a uma secagem total dos tijolos cerâmicos (TAHERI-GARAVAND; RAFIEE; KEYHANI, 2011). Para confirmar tal comportamento, plotaram-se as curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto, comparando-o com os dados experimentais para as temperaturas de 60 e 110 °C.

**Figura 4.18** – Comparativos das curvas teóricas de secagem com os dados experimentais a) T = 60 °C; b) T = 110 °C



Analisando a Figura 4.18-a, observa-se que, como esperado, o modelo proposto não consegue reproduzir o comportamento das curvas de 60 °C, pois a baixa temperatura dificulta a evaporação da umidade na superfície externa das placas de argila, aumentando assim a resistência à transferência de massa da superfície. Tal resistência, então, deixa de ser desprezível quando comparada com a resistência interna das amostras, saindo da faixa de aplicação do modelo. Para as curvas de 110 °C (Figura 4.18-b), um comportamento diferente pode ser observado. A essa temperatura, a umidade na superfície externa das amostras é evaporada com mais facilidade, tornando a resistência externa de transferência de massa desprezível em relação à resistência interna, e portanto o modelo se torna aplicável.

A partir dos resultados comentados acima, foram retirados da análise os dados da curva de 60 °C. O grau de concordância – expresso pelo  $R^2$  – entre os dados experimentais e o modelo das curvas de secagem da temperatura de 110 °C (experimentos 1, 2, 5 e 6) está apresentado na Tabela 4.10.

**Tabela 4.10** – Resultado do teste do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para a difusividade mássica

	$R^2$ (%)			
	<i>Exp. 1</i>	<i>Exp. 2</i>	<i>Exp. 5</i>	<i>Exp. 6</i>
<i>Rep 1</i>	93,31	84,51	89,43	71,34
<i>Rep 2</i>	90,91	88,31	88,71	79,22
<i>Rep 3</i>	90,83	85,69	88,46	83,58
<i>Média</i>	91,35	86,17	88,87	78,05

Observando a média dos resultados de todas as réplicas de cada experimento considerando da Tabela 4.10, pode-se ratificar que o modelo proposto conseguiu representar bem os experimentos, obtendo uma média mínima de ajuste de 78,05% para o experimento 6.

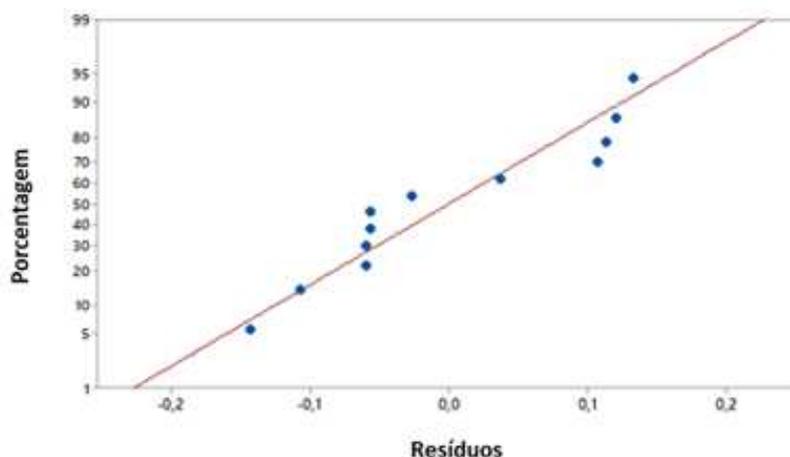
Conforme apresentado na Equação 3.7, faz-se necessário o uso da difusividade mássica no modelo proposto. Para cada experimento, esse valor foi estimado a partir do método de otimização de Levenberg-Marquardt. Os valores para cada réplica dos experimentos considerados estão apresentados na Tabela 4.11.

**Tabela 4.11** - Valores da difusividade mássica

	$D [m^2/s] \times 10^9$		
	<i>Rep 1</i>	<i>Rep 2</i>	<i>Rep 3</i>
<i>Exp. 1</i>	2,44	2,68	2,52
<i>Exp. 2</i>	2,44	2,62	2,44
<i>Exp. 5</i>	3,03	3,21	3,28
<i>Exp. 6</i>	2,63	2,46	2,46

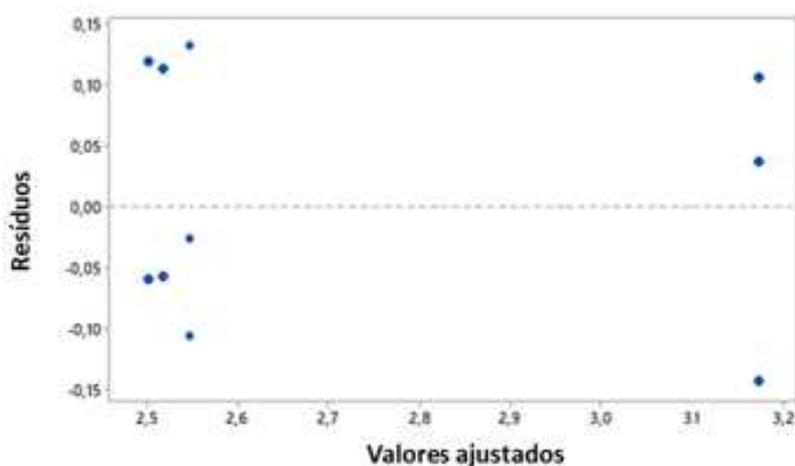
Verificou-se o comportamento da distribuição normal a partir dos gráficos de probabilidade normal apresentados na Figura 4.19, enquanto a suposição da distribuição independente da variância foi verificada através do gráfico de resíduos *versus* valores ajustados (Figura 4.20).

**Figura 4.19** – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade mássica



Analisando os gráficos de probabilidade normal para a difusividade mássica, observamos que os pontos dos dados experimentais seguem a linha de distribuição ajustada, indicando que a distribuição normal parece ser um ajuste para os dados. Portanto, podemos concluir que o parâmetro da difusividade mássica apresenta comportamento normal, atingindo assim a recomendação de Montgomery (2016) para que as observações sejam normais.

**Figura 4.20** – Gráfico de resíduos *versus* valores ajustados para a difusividade mássica.



Estudando agora os gráficos de resíduos *versus* valores ajustados, observa-se que os pontos estão aleatoriamente distribuídos em ambos os lados da linha e sem padrões reconhecidos, indicando que a variância considera que as observações sejam independentemente distribuídas, conforme a recomendação de Montgomery (2016).

Com base nos valores estimados da difusividade mássica ( $D$ ), e uma vez que a análise de variância demonstrou que as observações foram normais e independentemente distribuídas,

desenvolveu-se, por meio do ajuste de um modelo de regressão aos dados, a Equação 4.3 para estimar  $D$  em função da porcentagem em massa de rejeito de diatomita e da homogeneização do material, para uma temperatura de 110 °C.

$$D = (1,975 + 0,0618P + 0,00861H - 0,001017PH) \times 10^{-9} \quad (4.3)$$

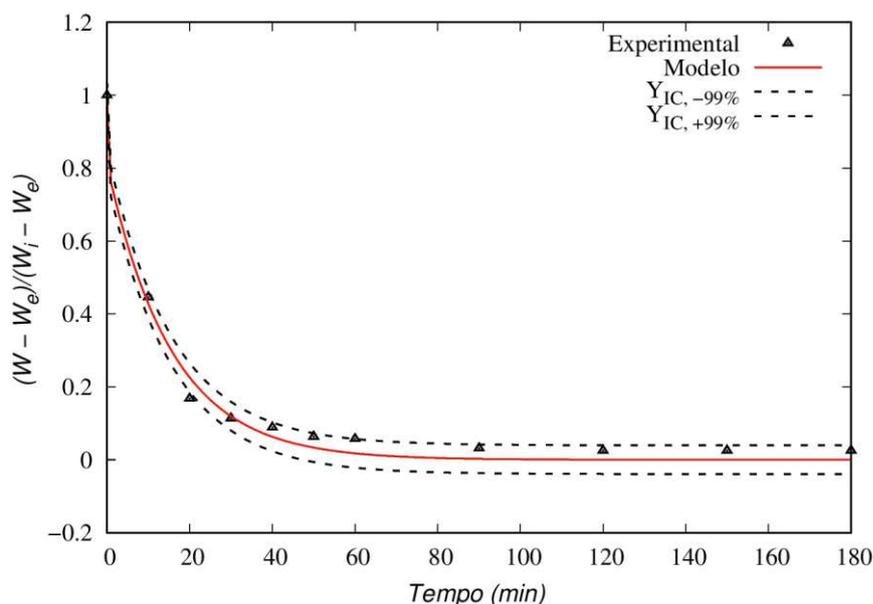
Para avaliar a precisão do modelo desenvolvido, estimou-se o valor da difusividade mássica para as condições que estão apresentadas na Tabela 4.12.

**Tabela 4.12** – Parâmetros para validação do modelo desenvolvidos para a difusividade mássica

	P	T	H	D
<b>Validação</b>	30	110	60	$2,52 \times 10^{-9}$

Com o valor estimado da difusividade mássica e com auxílio da Equação 3.7, construíram-se as curvas de secagem para as condições apresentadas na Tabela 4.12. Os resultados do modelo proposto foram então comparados com dados experimentais, traçando-se um intervalo estatístico de 99% de confiança, conforme apresentado na Figura 4.21.

**Figura 4.21** – Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto para a difusividade mássica



Analisando o gráfico presente na Figura 4.21, podemos observar que a curva gerada pelo modelo com a difusividade mássica estimada pela Equação 3.11 apresentou uma boa aproximação quando comparado com os dados experimentais. Pode-se observar que todos os

pontos experimentais ficaram localizados dentro do intervalo de confiança traçado, o que garante uma confiabilidade maior dos resultados obtidos pelo modelo.

#### 4.2.2.2 Difusividade térmica

Com o auxílio da Equação 3.9, foram construídas as curvas de aquecimento das amostras para os experimentos apresentados na Tabela 3.6. A partir da Equação 3.9, desenvolveram-se as curvas de aquecimento teórico. O grau de concordância entre o modelo usado e os dados experimentais foi avaliado e apresentado na Tabela 4.13.

**Tabela 4.13** – Resultado do teste do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para a difusividade térmica

	$R^2$ (%)							
	<i>Exp. 1</i>	<i>Exp. 2</i>	<i>Exp. 3</i>	<i>Exp. 4</i>	<i>Exp. 5</i>	<i>Exp. 6</i>	<i>Exp. 7</i>	<i>Exp. 8</i>
<i>Rep 1</i>	99,29	99,57	97,21	98,61	99,75	99,26	98,68	98,97
<i>Rep 2</i>	98,19	99,02	96,51	97,58	99,72	99,28	98,24	98,51
<i>Rep 3</i>	99,05	99,22	97,57	97,37	99,67	99,07	98,22	97,62
<i>Média</i>	98,84	99,27	97,10	97,85	99,71	99,21	98,38	98,37

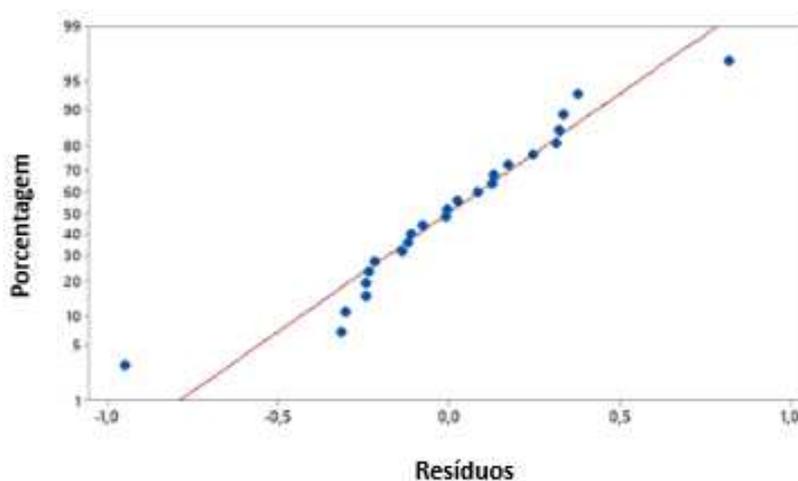
Observando a média dos resultados de todas as réplicas de cada experimento da Tabela 4.13, pode-se observar que o modelo proposto para a curva de aquecimento das amostras conseguiu representar bem os experimentos, obtendo uma média mínima de ajuste de 97,10% para o experimento 3.

Conforme apresentado na Equação 3.10, faz-se necessária a consideração da difusividade térmica no modelo proposto. Para cada experimento, esse valor foi estimado a partir do método de otimização de Levenberg-Marquardt. Os valores para cada réplica dos experimentos considerados estão apresentados na Tabela 4.14.

**Tabela 4.14** – Valores da difusividade térmica

	$\alpha[m^2/s] \times 10^6$		
	Rep 1	Rep 2	Rep 3
Exp. 1	3,4795	3,3751	3,9927
Exp. 2	3,8128	3,6560	4,2037
Exp. 3	3,5775	3,0243	3,1240
Exp. 4	2,1927	2,6702	2,6206
Exp. 5	4,0407	4,6772	4,3471
Exp. 6	4,5725	5,2597	3,4957
Exp. 7	2,4224	2,4803	2,2855
Exp. 8	2,0178	2,5070	2,2532

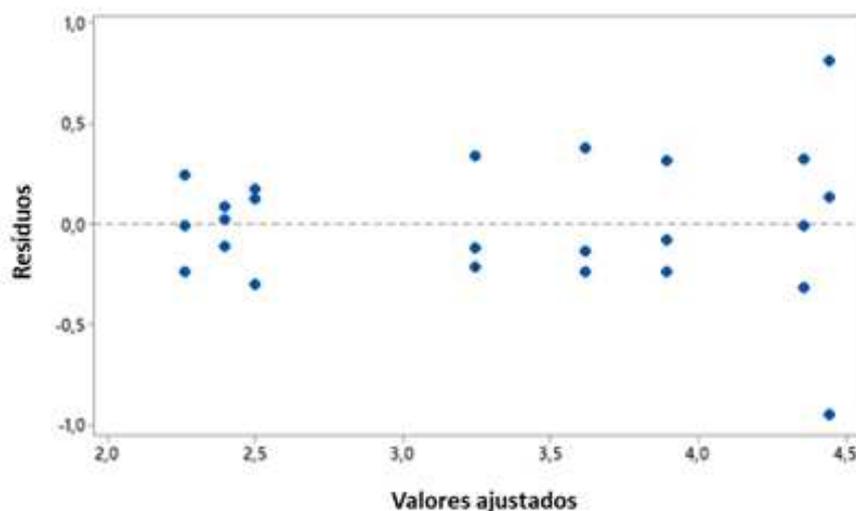
De forma análoga à difusividade mássica, investigou-se a existência de alguma violação das suposições básicas que poderiam invalidar os resultados, através dos gráficos de probabilidade normal apresentados na Figura 4.22. A suposição da distribuição independente da variância, por sua vez, foi verificada por meio do gráfico de resíduos *versus* valores ajustados (Figura 4.23).

**Figura 4.22** – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade térmica

Observando o gráfico de probabilidade normal para a difusividade térmica, nota-se que os pontos dos dados experimentais seguem a linha de distribuição normal, porém os pontos das extremidades do eixo  $x$  estão a uma certa distância, o que sugere uma distribuição com dois pontos *outliers*. Portanto, podemos concluir que o parâmetro da difusividade térmica apresenta

comportamento normal, seguindo assim a recomendação feita por Montgomery (2016) para que as observações sejam normais.

**Figura 4.23** – Gráfico de probabilidade normal para a difusividade térmica



Avaliando o gráfico dos resíduos versus os valores ajustados, observou-se que os pontos estão aleatoriamente distribuídos em ambos os lados da linha e sem padrões reconhecidos, indicando que a variância considera que as observações sejam independentemente distribuídas, conforme a recomendação de Montgomery (2016).

Com base nos valores estimados da difusividade térmica ( $\alpha$ ), e tendo a análise de variância demonstrado que as observações foram normais e independentemente distribuídas, por meio do ajuste de um modelo de regressão aos dados, desenvolveu-se a Equação 4.4 para estimar  $\alpha$  em função da porcentagem em massa de rejeito de diatomita, da temperatura de secagem e da homogeneização do material.

$$\alpha = (6,93 - 0,2158P - 0,0368T - 0,0919H + 0,00238TP + 0,00261PH + 0,000948TH - 0,000027TPH) \times 10^{-6} \quad (4.4)$$

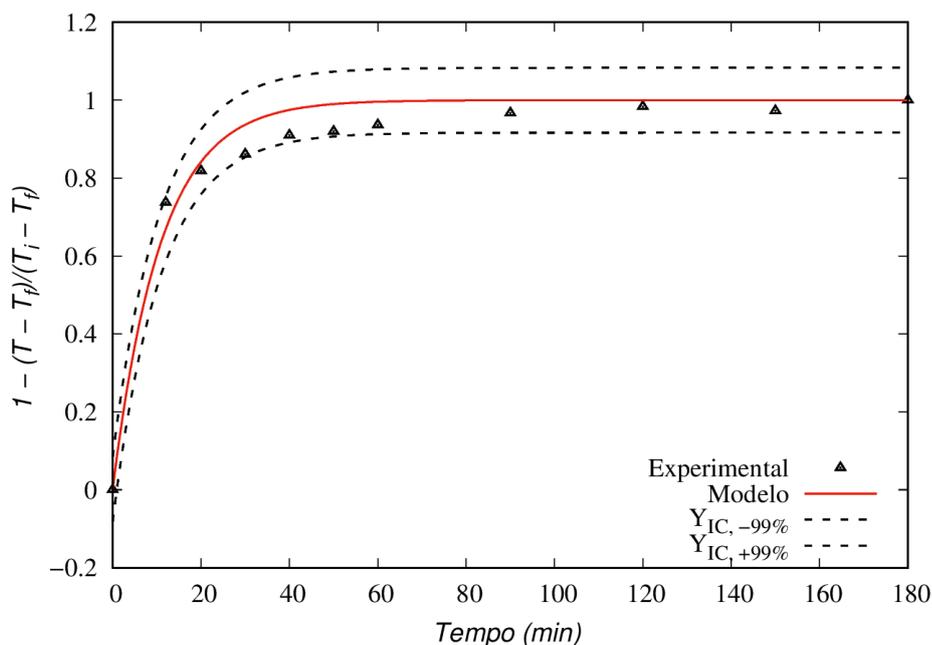
Para avaliar a precisão do modelo desenvolvido, estimou-se o valor  $\alpha$  para as condições apresentadas na Tabela 4.15.

**Tabela 4.15** – Parâmetros para validação do modelo desenvolvido para a difusividade térmica

	P	T	H	$\alpha$
<b>Validação</b>	20	80	45	$3,61 \times 10^{-6}$

Com o valor estimado de  $\alpha$  e com auxílio da Equação 3.10, construíram-se as curvas de secagem para as condições apresentadas na Tabela 4.14. Os resultados do modelo proposto foram então comparados com dados experimentais, traçando-se um intervalo estatístico de 99% de confiança, conforme apresentado na Figura 4.24.

**Figura 4.24** – Curvas de secagem construídas a partir do modelo proposto para a difusividade térmica.



Analisando o gráfico presente na Figura 4.24, podemos observar que a curva gerada pelo modelo com a difusividade térmica estimada pela Equação 4.4 apresentou uma boa aproximação quando comparado com os dados experimentais. Observa-se também que os pontos experimentais se apresentaram no interior do intervalo de confiança traçado, o que garante uma maior confiabilidade dos resultados apresentados pelo modelo.

#### 4.2.3 Simulação (CFD)

Para a simulação de transferência de massa e calor foram utilizados os parâmetros físicos apresentados na Tabela 4.16.

**Tabela 4.16** – Parâmetros físicos utilizados para simular transferência de massa e calor

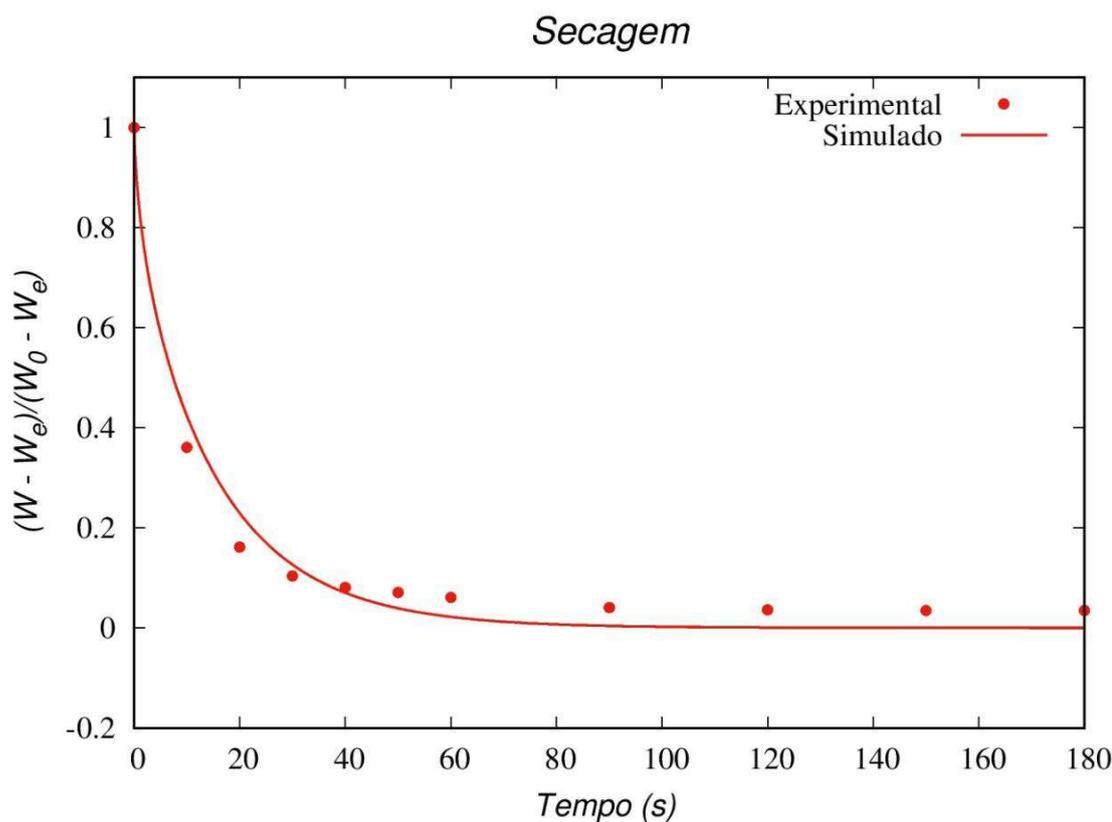
	D	Hm	$\alpha$ ( Alfa)	Hc
Valores	2,5e-9	1,626e-5	3,87e-7	8,50
Equação	4.3	3.21	4.4	3.29

D = difusividade mássica ( $m^2/s^2$ ) ; Hm = coeficiente de convecção mássico (m/s); alfa = Difusividade térmica ( $m^2/s^2$ ); Hc = coeficiente de convecção térmico ( $W/m^2.C$ ).

#### 4.2.3.1 Transferência de massa

A partir das equações apresentadas nesse trabalho, simulou-se o comportamento do teor médio de umidade presente na placa cerâmica ao longo do período de secagem. O comportamento obtido na simulação foi confrontado com dados experimentais. O resultado está apresentado na Figura 4.25.

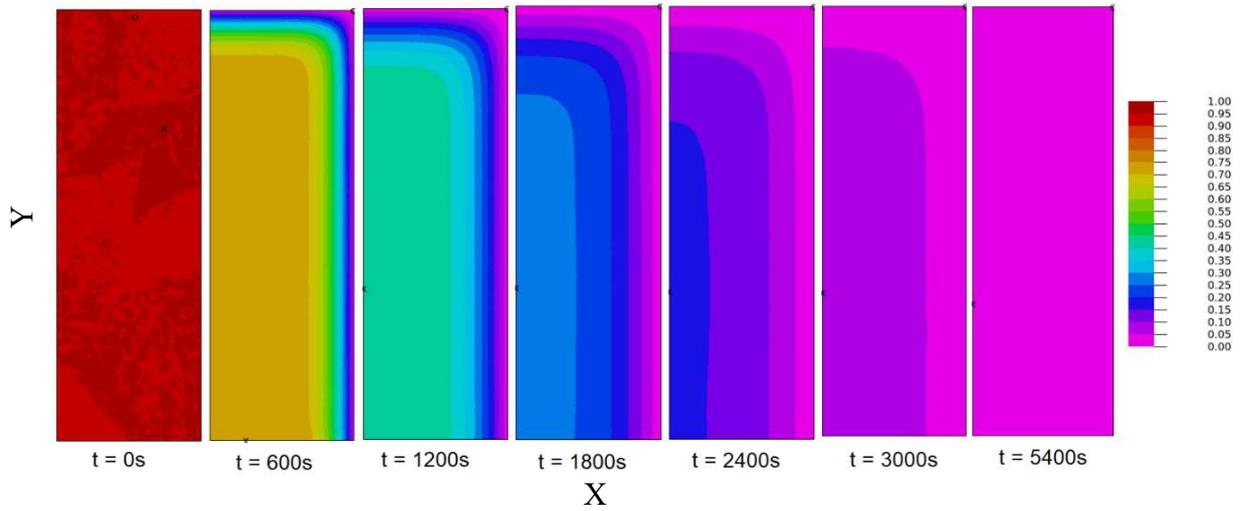
**Figura 4.25:** Comportamento do teor de umidade da placa cerâmica durante o tempo de secagem.



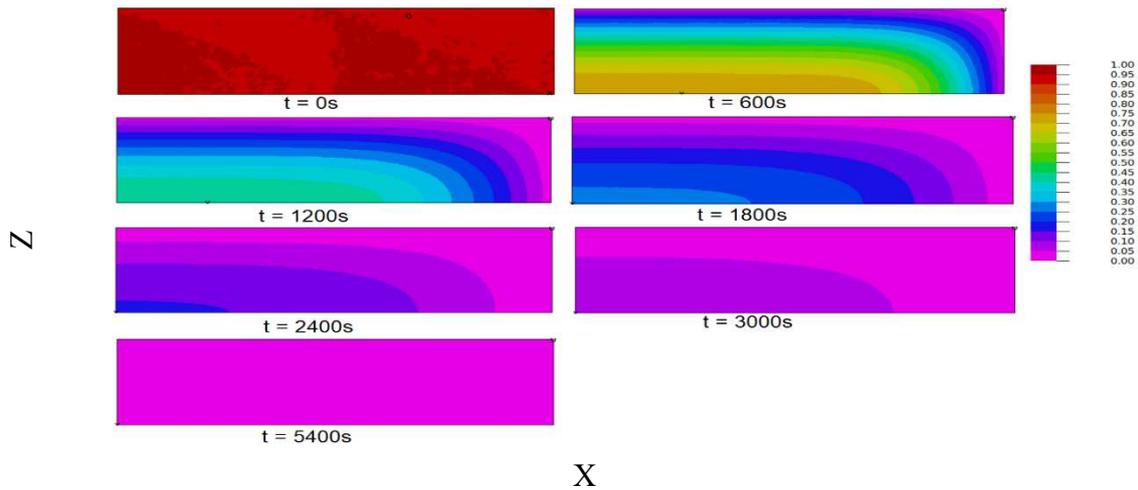
Ao observar o comportamento da curva de secagem construída a partir dos dados da simulação, identificamos uma boa concordância em relação aos dados experimentais. Ambas as curvas decaem rapidamente no início da secagem devido ao alto gradiente entre o teor de umidade encontrado no ar da estufa e o contido nas placas de argila. À medida que a placa vai transferindo a umidade, o gradiente vai diminuindo e a curva vai se estabilizando até chegar no equilíbrio com a atmosfera da estufa.

Para facilitar o entendimento do comportamento da saída da umidade na placa cerâmica foi construído o campo do teor de umidade para o comprimento, largura e espessura, e os resultados estão apresentados nas Figuras 4.26, 4.27e 4.28, respectivamente.

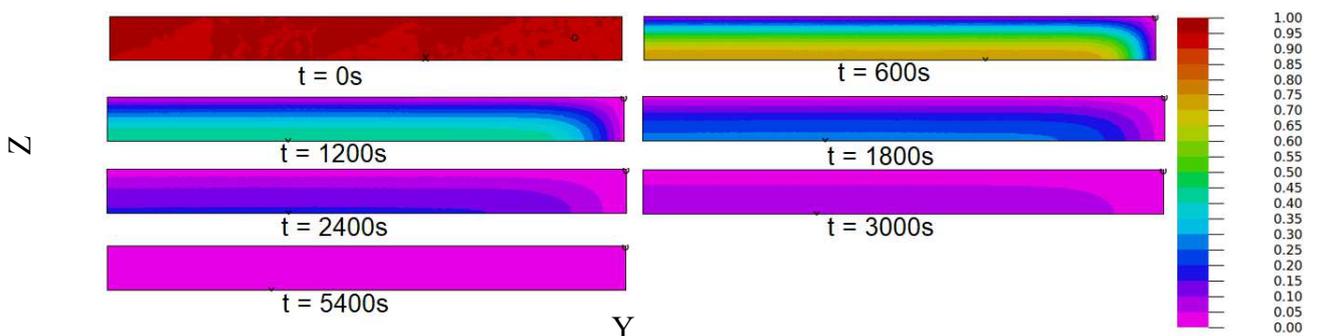
**Figura 4.26** - Comportamento da saída do teor de umidade do comprimento das placas ( $C = 60,83 \text{ mm}$ ) durante a secagem no interior da estufa (Plano YX) para secagem a  $110 \text{ }^\circ\text{C}$



**Figura 4.27** - Comportamento da saída do teor de umidade da largura das placas ( $L = 20,63 \text{ mm}$ ) durante a secagem no inteiro da estufa (Plano ZX) para secagem a  $110 \text{ }^\circ\text{C}$



**Figura 4.28** - Comportamento da saída do teor de umidade da espessura das placas cerâmicas ( $H = 4,52 \text{ mm}$ ) durante a secagem no interior da estufa (Plano ZY) para secagem a  $110 \text{ }^\circ\text{C}$



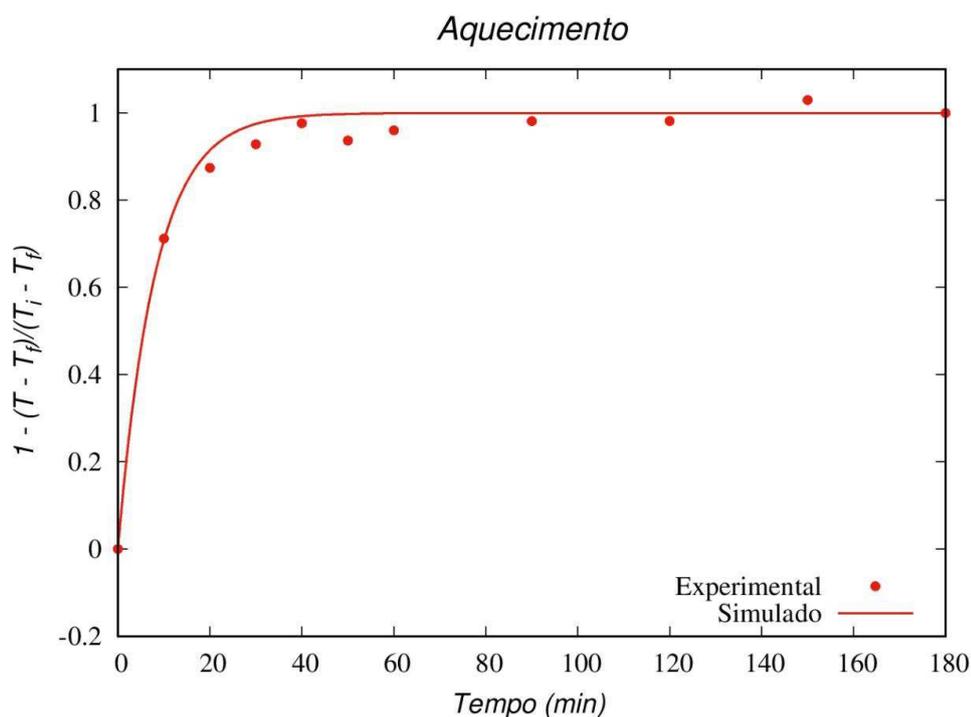
Ao analisar as Figuras 4.26-4.28, podemos observar que a placa cerâmica começa a perder umidade pelas bordas, esse comportamento ocorre porque a massa de ar quente que circunda a placa faz com que a umidade contida na parede evapore. O ambiente apresenta um baixo teor de umidade, o que ajuda a ocorrer uma transferência de massa da superfície da placa em direção ao ambiente. Uma vez que a superfície da placa cerâmica perdeu umidade, o centro continua com a umidade inicial, e por uma transferência de massa difusiva, essa região irá deslocar umidade para as bordas da placa cerâmica, que continuará transferindo umidade para o ambiente. Esse processo irá continuar até que a umidade contida no interior das placas entre em equilíbrio com o teor de umidade do ambiente que ele está inserido.

#### 4.2.3.2 Transferência de calor

De forma semelhante ao apresentado na transferência de massa, foram avaliadas as equações que descrevem o comportamento da temperatura citadas nesse trabalho, simulando seu comportamento na placa cerâmica ao longo do período de secagem. O comportamento obtido na simulação e nos experimentos foram adimensionalizados pela Equação 3.9.

Os dados da simulação foram confrontados com dados experimentais. O resultado está apresentado na Figura 4.29.

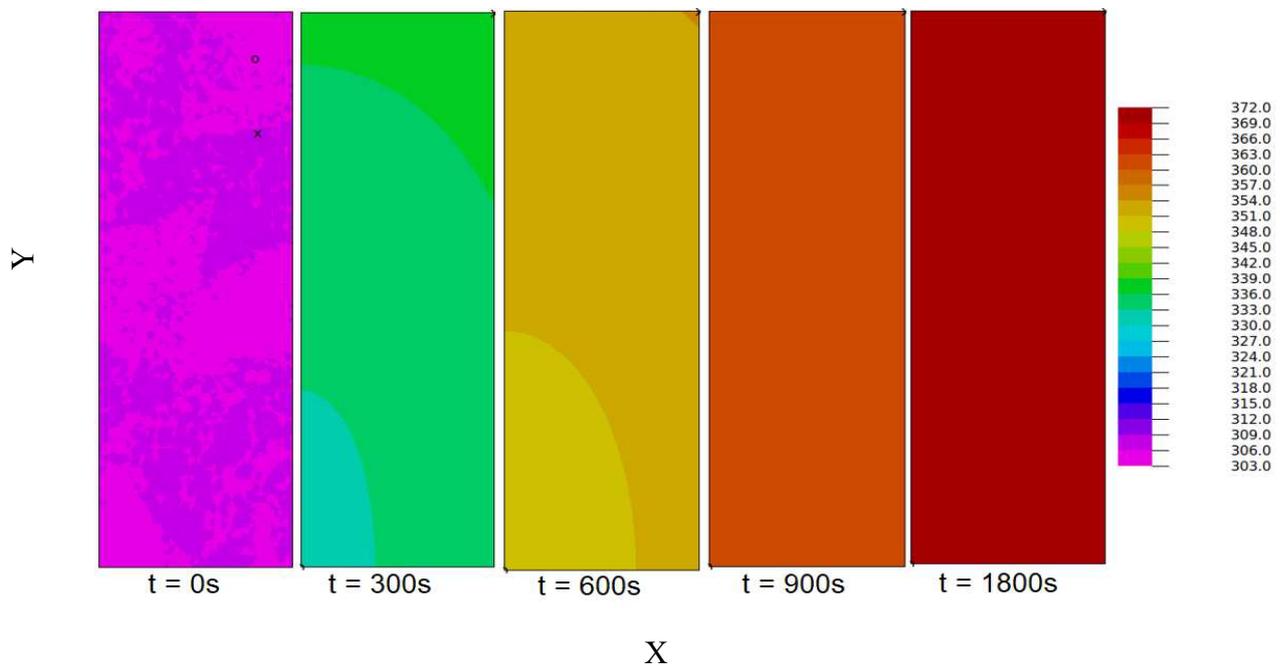
**Figura 4.29** - Comportamento da temperatura adimensional das placas durante o teor de secagem



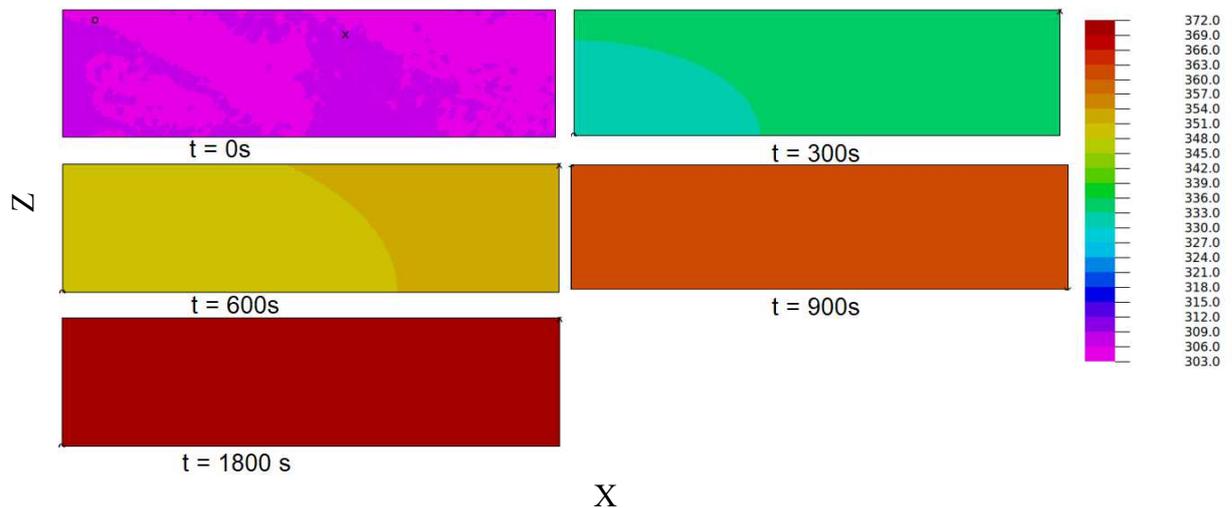
Ao observar a Figura 4.29, nota-se que o comportamento da curva de aquecimento construída a partir dos dados da simulação apresentou uma boa concordância em relação aos dados experimentais. Ambas as curvas crescem rapidamente no início da secagem, atingindo a temperatura de equilíbrio pouco tempo depois de 30 minutos do início do processo.

Para facilitar o entendimento do comportamento do aquecimento da placa cerâmica, foram construídos os campos de temperatura para o comprimento, largura e espessura. Os resultados estão apresentados nas Figuras 4.30, 4.31 e 4.32, respectivamente.

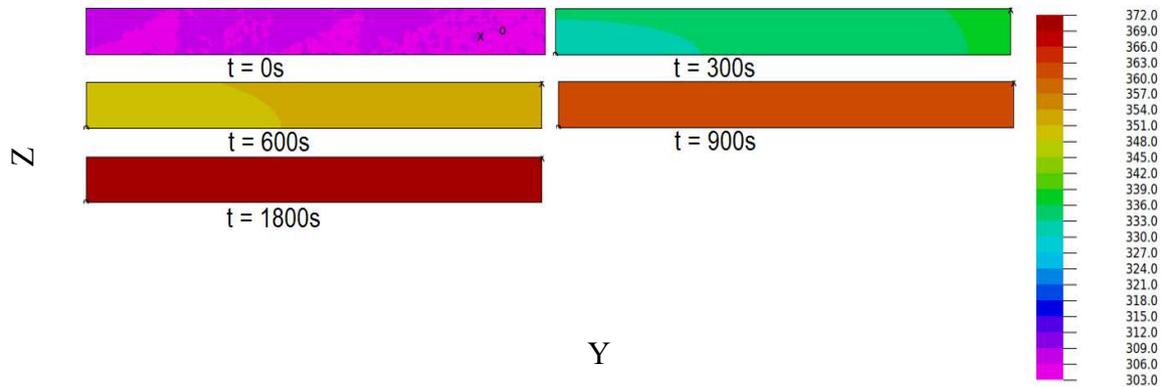
**Figura 4.30** - Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano YX) para secagem a 110 °C e comprimento ( $C = 60,83$  mm)



**Figura 4.31** - Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano ZX) para secagem a 110 °C, na largura ( $L = 20,63$  mm)



**Figura 4.32:** Comportamento do aquecimento das placas durante a secagem no interior da estufa (Plano ZY) para secagem a 110 °C, na espessura ( $H = 4,52$  mm)



Ao analisar as Figuras 4.30-4.32, observamos que a placa começa aquecer pelas bordas: esse comportamento ocorre devido a massa de ar quente que circunda a placa e transfere calor para as superfícies da placa pelo mecanismo de convecção. Esse comportamento causa um gradiente de temperatura entre a superfície e o centro da placa, ocasionando uma transferência de calor, dessa vez por condução. Esse processo irá continuar até que a temperatura da placa fique uniforme, entrando em equilíbrio com a temperatura do ambiente da estufa.

## CAPÍTULO 5

### CONSIDERAÇÕES FINAIS

#### 5.1 Conclusões

Diante dos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- Os rejeitos minerais oriundos do beneficiamento da diatomita apresentaram propriedades físicas adequadas para serem utilizados na confecção de massas de cerâmicas vermelhas, destacando-se por terem uma menor quantidade de finos. Logo, a massa cerâmica obtida com esse rejeito demandará uma menor quantidade de água e, conseqüentemente, menor retração.
- A caracterização química e mineralógica da argila e do rejeito de diatomita demonstrou que o mineral predominante é a sílica e caulinita, sendo a argila considerada sílica aluminosa. A argila contém teores de quartzo adequados que auxiliam na reduzida retração linear e contém o necessário teor de ferro para obtenção da cor avermelhada característica dos produtos de cerâmica estrutural.
- Os valores encontrados de tensão de ruptura à flexão nos corpos de prova secos, absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente atendem aos valores das argilas-padrão brasileiras para uso em cerâmica de vedação encontrados na literatura, onde o melhor resultado foi encontrado para adições de até 10% em massa, sintetizados em 800 °C e com tempo de homogeneização de 30 min.
- A partir da análise do planejamento experimental fatorial 2<sup>3</sup> e dos resultados do processo de secagem das placas cerâmicas concluiu-se que: a temperatura é o principal parâmetro que controla a retirada de umidade do material; 30% de rejeito proporcionou maior facilidade para a eliminação da água presente nas amostras. O inverso ocorre em relação ao tempo de homogeneização, no qual observamos que quanto maior o seu tempo, menos umidade se perde.
- Acerca dos resultados encontrados para a cinética de secagem, observou-se que, dentre os modelos analisados, o equacionamento de Page foi o melhor que se ajustou com os dados experimentais, apresentando os melhores valores dos testes do R<sup>2</sup>,  $\chi^2$  e RMSE.

- Por meio do planejamento experimental realizado, observou-se que a variância dos dados experimentais se apresentou normal e independente, sendo assim possível obter um modelo para os dois parâmetros de ajuste de Page (k e n).
- A curva de secagem obtida pelo modelo de Page, tendo seus coeficientes experimentais calculadas pelas equações desenvolvidas por esse trabalho, apresentou uma boa concordância com os dados experimentais, validando assim os modelos.
- Acerca dos resultados encontrados, observou-se que o modelo proposto para a secagem das placas cerâmicas conseguiu representar bem as curvas de secagem para a temperatura de 110 °C, porém, o comportamento das curvas de 60 °C não se adequou aos dados experimentais, mostrando que o modelo não pode ser aplicado para essa faixa de temperatura.
- Quanto às curvas de aquecimento, o modelo proposto teve uma boa representatividade para todas as faixas de temperaturas dos dados experimentais, tendo um grau de ajuste (R<sup>2</sup>) médio de 98,59%.
- O modelo laplaciano de transferência de calor e umidade, bem como as condições de contorno utilizadas, foram capazes de prever o fenômeno de secagem e aquecimento das placas de argila.

## 5.2 Sugestões para futuras pesquisas

Como sugestões para trabalhos futuros, podem-se citar:

- Realização de testes industriais e laboratoriais com incorporações menores que 10% de rejeito de diatomita;
- Aplicação da mesma argila com adição de rejeito de diatomita para corpos de provas, sob a forma de tijolos vazados;
- Aplicação dos modelos apresentados neste trabalho à secagem de outros produtos cerâmicos;
- Realização de ensaios utilizando novas variações de temperatura durante a secagem;
- Desenvolvimento de soluções analíticas para comparação com os dados numéricos apresentados nesta pesquisa.

## REFERÊNCIAS

AGÊNCIA BRASILEIRA DE DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL. **Estudo técnico setorial da cerâmica vermelha**: subsídio para elaboração do plano de desenvolvimento sustentável da cadeia produtiva da cerâmica vermelha. Brasília: ABDI, 2016.

ALIBAS, Ilknur. Mathematical modeling of microwave dried celery leaves and determination of the effective moisture diffusivities and activation energy. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 2, p. 394-401, 2014a. DOI 10.1590/S0101-20612014005000030.

ALIBAS, Ilknur. Microwave, Air and Combined Microwave-Air Drying of Grape Leaves (*Vitis vinifera* L.) and the Determination of Some Quality Parameters. **International Journal of Food Engineering**, v. 10, n. 1, p. 69-88, 2014b. DOI 10.1515/ijfe-2012-0037.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. **Informações técnicas**: Processos de Fabricação. São Paulo: Abceram, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12653**: Materiais pozolânicos – Especificação. Rio de Janeiro, 1992.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13554**: Solo-cimento – Ensaio de durabilidade por molhagem e secagem. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15270:1**: Componentes cerâmicos – Blocos e tijolos para alvenaria. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739**: Concreto – Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos – Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7170**: Tijolo maciço cerâmico para alvenaria. Rio de Janeiro, 1983.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7211**: Agregados para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7222**: Concreto e argamassa – Determinação da resistência à tração por compressão diametral. Rio de Janeiro, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778**: Argamassas e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 248**: Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 45**: Agregado em estado solto – Determinação da massa unitária e do volume de vazios. Rio de Janeiro, 2006.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS FABRICANTES DE CERÂMICA PARA REVESTIMENTOS, LOUÇAS SANITÁRIAS E CONGÊNERES. **História da cerâmica**. São Paulo: Anfacer, 2017. Disponível em: <https://www.anfacer.org.br/setor-ceramico/historia-da-ceramica.c>Acesso em: 16 jan. 2017.

ALMEIDA, Genival da Silva. **Transferência de calor e massa em sólidos heterogêneos com geometria arbitrária**: uma análise concentrada. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2003.

ALVARENGA, Luiz Carlos; FORTES, M.; PINHEIRO FILHO, José Borges; HARA, Tetuo. Transporte de umidade no interior de grãos de feijão preto sob condições de secagem. **Revista Brasileira de Armazenamento**, v. 5, n. 1, p. 5-18, jun. 1980.

ANDRADE, M. S.; OLIVEIRA, N. M. M.; GÓES, M. A. C.; FRANÇA, S. C. A. **Anais do 56º Congresso Anual da ABM**, Belo Horizonte, MG, p. 1019-1028, 2001.

ANOSTI JUNIOR, S.; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C. Variáveis críticas no processo de secagem de concretos refratários. **Cerâmica**, São Paulo, v. 45, n. 292-293, jun. 1999. DOI 10.1590/S0366-69131999000200012.

ARAÚJO, Morgana de Vasconcellos; SANTOS, R. S., SILVA, R. M. da; BARBOSA DE LIMA, A. G. Drying of Industrial Hollow Ceramic Brick: Analysis of the Moisture Content and Temperature Parameters. **Defect and Diffusion Forum**, v. 380, p. 72-78. DOI 10.4028/www.scientific.net/DDF.380.72.

ARAÚJO, Morgana de Vasconcellos. **Simulação numérica via CFD da secagem de tijolos cerâmicos industriais**. 2019. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2019.

AVELINO, Daniel Oliveira. **Transporte de calor e massa na secagem de tijolos cerâmicos vazados**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2018.

BABISK, Michelle Pereira, VIDAL, Francisco Wilson Hollanda; RIBEIRO, Wagner Souza; AGUIAR, Mariane Costalonga; GADIOLI, Mônica Castoldi Borlini; VIEIRA, Carlos Maurício Fontes. Incorporação de resíduo de quartzitos em cerâmica vermelha. **Holos**, v. 6, p. 169-177, 2012. DOI 10.15628/holos.2012.1104.

BACCOUR, H.; MEDHIOUB, M.; JAMOUBI, F.; MHIRI, T. Ceramic properties of a Turkish clay in the Aydin region. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 6, p. 2812-2817, 2009. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2008.06.055.

BARBOSA-CÁNOVAS, Gustavo V.; VEGA-MERCADO, Humberto. Deshidratación de alimentos. Zaragoza: Acribia, 2000.

BARROS NETO, Benício de; SCARMINIO, Ieda Spacino; BRUNS, Roy Edward. **Como fazer experimentos**: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Porto Alegre: Bookman, 2010.

BASEGIO, T. M.; BERUTTI, F. A. BERGMANN, C. P. Aspectos ambientais no uso de lodo de curtume como matéria-prima para cerâmica vermelha. **Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Florianópolis, maio-jun. 2001.

BATISTA, C. M. **Perfil analítico da diatomita**. Brasília: DNPM, 1983.

BATISTA, V. R.; NASCIMENTO, J. J. S.; LIMA, A. G. B. de. Secagem e queima de tijolos cerâmicos maciços e vazados incluindo variações dimensionais e danos estruturais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 3.1, p. 46-61, 2008.

BAUCIA JUNIOR, J. A.; KOSHIMIZU, L.; GIBERTONI, C.; MORELLI, M. R. Estudo de fundentes alternativos para uso em formulações de porcelanato. **Cerâmica**, v. 56, n. 339, p. 262-272, jul. 2010. DOI 10.1590/S0366-69132010000300009.

BAUER, L. A. Falcão. **Materiais de construção**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2019.

BERGMAN, Theodore; LAVINE, Arienne; INCROPERA, Frank P.; DEWITT, David P. **Fundamentos de transferência de calor e de massa**. Tradução: Eduardo Mach Queiroz, Fernando Luiz Pellegrini Pessoa. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014.

BIDECCI, Alper; SALLI BIDECCI, Özlem. An investigation about the usability of diatomite raw material for brick production. **Trakya University Journal of Natural Sciences**, v. 8, n. 2, p. 69-76.

BIFF, Sergio; SILVA, Manoel Ribeiro. Uso do resíduo sólido proveniente do processo de beneficiamento de areia na indústria de revestimentos cerâmicos e sua influência nas propriedades físicas dos produtos cerâmicos. **Revista Matéria**, v. 21, n. 4, p. 853-865, dez. 2016. DOI 10.1590/s1517-707620160004.0103.

BISPO, Eliete da Silva. **Processo de alcalinização dos “nibs” de cacau (Theobroma cacao L.) e avaliação da qualidade do pó**. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Sumário Mineral**. Coordenadores: Thiers Muniz Lima e Carlos Augusto Ramos Neves. Brasília: DNPM, 2014.

BREESE, R. O. Y. Diatomite. *In*: CARR, Donald D. (Ed.) **Industrial Minerals and Rocks**. 6. ed. Littleton, CO: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, 1994. p. 397-412.

BRITO, Mirenia Kalina Teixeira de. **Estudo teórico da transferência de calor e massa na secagem de tijolos cerâmicos com forma paralelepípedica**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

CABRAL JUNIOR, Marsis; MOTTA, José Francisco Marciano; ALMEIDA, Amilton dos Santos; TANNO, Luiz Carlos. RMIs: argilas para cerâmica vermelha. *In*: LUZ, Adão Benvindo da; LINS, Fernando Antonio Freitas (Orgs.). **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. 2. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. p. 747-770. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/522>. Acesso em: 26 jul. de 2018.

CADÉ, M. A. **Secagem de tijolos cerâmicos vazados: modelagem e simulação**. 2004. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2004.

CALLISTER JUNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. Estruturas e propriedades das cerâmicas. *In*: CALLISTER JUNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Tradução: Sergio Murilo Stamile Soares. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.

CARDOSO, A. P. **Tecnologia da cerâmica vermelha do Norte do Paraná aplicada na produção de componente para alvenaria estrutural**. 1995. Dissertação (Mestrado em Arquitetura) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1995.

CARGNIN, Maykon. **Aplicação do método da média no volume na modelagem e simulação de decomposições de argilominerais e carbonato de cálcio durante a etapa de queima de revestimentos cerâmicos porosos**. 2017. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

CARLOS, Elione Moura. **Efeito da adição do resíduo de scheelita no comportamento térmico- mecânico e reológico de argamassas para engobes cerâmicos**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2018.

CARMO, João Evangelista Franco do; LIMA, Antonio Gilson Barbosa de. Drying of lentil including shrinkage: a numerical simulation. **Drying Technology**, v. 23, n. 9-11, p. 1977-1992, 2005. DOI 10.1080/07373930500210424.

CHEMKHI, Saber; ZAGROUBA, Féthi. Water diffusion coefficient in clay material from drying data. **Desalination**, v. 185, n. 1-3, p. 491-498, 2005. DOI 10.1016/j.desal.2005.04.052.

CHEN, Dengyu; ZHENG, Y.; ZHU, Xifeng. Determination of effective moisture diffusivity and drying kinetics for poplar sawdust by thermogravimetric analysis under isothermal condition. **Bioresource Technology**, v. 107, p. 451-455, 2012. DOI 10.1016/j.biortech.2011.12.032.

CHIANG, Yet-Ming; BIRNIE, Dunbar P; KINGERY, W. David. **Physical ceramics: principles for ceramic science and engineering**. Hoboken, New Jersey: Wiley, 1996.

CHRISPIM, Zélia Maria Peixoto; ALMEIDA, L. L. P.; ALVES, M. G.; RAMOS, I. S.; SILVA, A. L.; FRAGA, F. A. Caracterização tecnológica de argilas do município de Anápolis-GO para a utilização em produtos cerâmicos. **19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais** – CBECiMat, Campos do Jordão, p. 303-310, nov. 2010.

CHRISPIM, Zélia Maria Peixoto. **Levantamento e caracterização de materiais geológicos das regiões norte e noroeste fluminense para produção de engobes**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2011.

COELHO, Antonio C. Vieira; SANTOS, Pêrsio de Souza; SANTOS, Helena de Souza. Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades. **Química Nova**, v. 30, n. 1, p. 146-152, 2007. DOI 10.1590/S0100-40422007000100026.

CORRÊA, Paulo César; OLIVEIRA, Gabriel Henrique Horta; BOTELHO, Fernando Mendes; GONELI, André Luís Duarte; CARVALHO, Fábria Martins. Modelagem matemática e determinação das propriedades termodinâmicas do café (*Coffea arabica* L.) durante o processo de secagem. **Revista Ceres**, v. 57, n. 5, p. 595-601, 2010. DOI 10.1590/S0034-737X2010000500005.

CORREIA, Sivaldo Leite; HOTZA, Dachamir; SEGADÃES, Ana Maria. **Cerâmica**, v. 51, n. 319, p. 230-238, 2005. DOI 10.1590/S0366-69132005000300010.

COSTA, Ranieri Fernandes; FERREIRA, Alysson Dantas; SILVA JUNIOR, José Jorge da; BARBOSA, Pedro Mateus Aguiar; BANDEIRA, Diego José Araújo; REZENDE, Maria Luiza de Souza; NASCIMENTO, José Jefferson da Silva. Drying of clay/diatomite hybrid ceramic plates: an experimental study. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 8, p. e13710817174, 2021. DOI: 10.33448/rsd-v10i8.17174.

CUSTÓDIO, Adans; CUSTÓDIO, Manuela; COREGGIO, Rafael Pereira da; CARGNIN, Maykon. Estudo da compactação de massas para cerâmica vermelha. **Revista Técnico-Científica (IFSC)**, v.3, n. 1, p. 215-225, 2012.

DEFRAEYE, Thijs. Advanced computational modelling for drying processes – a review. **Applied Energy**, v. 131, n. 15, p. 323-344, 2014. DOI 10.1016/j.apenergy.2014.06.027.

DEGIRMENCI, Nurhayat; YILMAZ, Arin. Use of diatomite as partial replacement for Portland cement in cement mortars. **Construction and Building Materials**, v. 23, p. 284-288, 2009. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2007.12.008.

DINCER, I. Moisture transfer analysis during drying of slab woods. **Heat and Mass Transfer**, v. 34, n. 4, p. 317-320, 1998. DOI 10.1007/s002310050265.

FACINCANI, Ezio. **Tecnologia cerâmica – I laterizi**. 2.ed. Itália: Faenza, 1992.

FARIAS, Vera Solange de Oliveira. **Difusão 3D em sólidos com forma arbitrária usando coordenadas Generalizadas**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2011.

FIOREZE, Romeu. **Princípios de secagem de produtos biológicos**. João Pessoa: Editora Universitária/UFPB, 2004.

FORTES, M.; OKOS, M. R. Drying theories: their bases and limitations as applied to foods and grains. In: MUJUMDER, A. S. (Ed.). **Advances in Drying**, Washington, DC: Hemisphere, 1980. v. 1, chap. 3. p. 119-154.

FOUST, Alan S.; WENZEL, Leonard A.; CLUMP, Curtis W.; MAUS, Louis.; ANDERSEN, L. Bryce. **Princípios das operações unitárias**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.

FRANÇA, Sílvia Cristina Alves; LUZ, Adão Benvindo da; INFORÇATI, Paulo Francisco. Diatomita. *In*: LUZ, Adão Benvindo da; LINS, Fernando Antonio Freitas (Orgs.). **Rochas & minerais industriais**: usos e especificações. 2. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. p. 451-465.

FREITAS, Cesarina S. R.; PEREIRA, Íngride A. F. S.; PEREIRA, Maria L. G.; SIMÕES, Teresa C. R.; FERREIRA, António A. L. Influência de diferentes processos de conformação nas características finais de produtos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 14, n. 3, p. 15-18, 2009.

GALAN-ARBOLEDAS, Rosendo J.; COTES-PALOMINO, María Teresa; BUENO, Salvador; MARTÍNEZ-GARCÍA, Carmen. Evaluation of spent diatomite incorporation in clay based materials for lightweight bricks processing. **Construction and Building Materials**, v. 144, p. 327–337, 2017. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2017.03.202.

GEANKOPLIS, Christie John. Drying of process materials. *In*: GEANKOPLIS, Christie John. **Transport processes and unit operations**. 3. ed. Englewood Cliffs, New Jersey: Prentice-Hall, 1993. p. 520-583.

GOMES, Josileido. **Processamento de argila da região de Itaporanga-PB, visando obter produtos de cerâmica vermelha**. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2005.

GOULART, Marcos Roberto; SILVEIRA, Cristian Berto da; CAMPOS, Mari Lúcia; ALMEIDA, Jaime Antonio de; MANFREDI-COIMBRA, Silvana; OLIVEIRA, Aline Fernandes de. Metodologias para reutilização do resíduo de terra diatomácea, proveniente da filtração e clarificação da cerveja. **Química Nova**, v. 34, n. 4, p. 625-629, 2010. DOI 10.1590/S0100-40422011000400014.

HENRÍQUEZ, Carolina; CÓRDOVA, Andrés; ALMONACID, Sergio; SAAVEDRA, Jorge. Kinetic modeling of phenolic compound degradation during drum-drying of apple peel by-products. **Journal of Food Engineering**, v. 143, p. 146-153, 2014. DOI 10.1016/j.jfoodeng.2014.06.037.

HERNÁNDEZ DÍAZ, Cristian Camilo. **Estudo da possibilidade de uso de lodo de esgoto e lama vermelha como matérias-primas cerâmicas**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013. DOI 10.11606/D.3.2013.tde-15052014-162113.

HOEK, E.; KAISER, P. K.; BAWDEN, W. F. **Support of underground excavations in hard rock**. Rotterdam: Balkema, 1995.

JIAN-FENG, Z.; JI-YOU, G., YING-CHUN, C. Analysis of moisture diffusivity of larch timber during convective drying condition by using Crank's method and Dincer's method. **Journal of Forestry Research**, v. 18, n. 3, p. 199-203, 2007.

KEEY, R. B. Drying of loose and particulate materials. **Drying Technology**, v. 10, n. 4, p. 1139-1141, 1992. DOI 10.1080/07373939208916507.

KHAN, Furqan Ahmad; STRAATMAN, Anthony Gerald. A conjugate fluid-porous approach to convective heat and mass transfer with application to produce drying. **Journal of Food Engineering**, v. 179, p. 55-67, 2016. DOI 10.1016/j.jfoodeng.2016.01.029.

KORONTHALYOVA, O.; BAGEL, L. Moisture transport in salt free and salt contaminated ceramic bricks. **Energy Procedia**, v. 78, n. 1, p. 1401-1406, 2015.

LEHMKUHL, Willian Anderson. **Análise numérica e experimental de um secador contínuo tipo túnel utilizado na indústria de cerâmica vermelha**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.

LIMA, A. G. B. **Fenômeno de difusão em sólidos esferoidais prolatos**. Estudo de caso: secagem de bananas. 1999. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.

LIMA, Wanderson Magno P. B. de. **Transferência de calor e massa em sólidos porosos com geometria complexa via análise concentrada**: modelagem e simulação. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

LIN, Kae-Long; CHANG, Jen-Chieh. Feasibility of recycling waste diatomite and fly ash cosintered as porous ceramics. **Environmental Progress & Sustainable Energy**, v. 32, p. 25–34, 2013. DOI 10.1002/ep.10592.

LUCAS, Denis; BENATTI, Cláudia Telles. Utilização de resíduos industriais para a produção de artefatos cimentícios e argilosos empregados na construção civil. **Revista em Agronegócio e Meio Ambiente**, v. 1, n. 3, p. 405-418, 2008.

LUCENA, Cristiano Gonçalves de. **Transporte de massa durante a secagem de tijolos cerâmicos vazados via volumes finitos**. 2005. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2005.

LUIZ, Márcia Ramos. **Estudo teórico e experimental de secagem de tomate (*Lycopersicon esculentum*)**. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2012.

MACEDO, A. R. S.; SILVA, A. S.; LUZ, D. S.; FERREIRA, R. L. S.; LOURENÇO, C. S.; GOMES, U. U. Estudo do efeito da diatomita nas propriedades físico-mecânicas do concreto). **Cerâmica**, v. 66, n. 377, p. 50-55, 2020. DOI 10.1590/0366-69132020663772561.

MALISKA, Clovis R. **Transferência de calor e mecânica dos fluidos computacional**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2004.

MARTINS, Bruno Emanuel Del Boca Sogdu. **Avaliação da influência do coagulante contido no lodo gerado na ETA em corpos cerâmicos**. 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos, Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2014.

MARTINS, Ianto Oliveira. **Modelagem da secagem convectiva em contracorrente de cerâmicas vermelhas**: aspectos fenomenológicos e de consumo de energia. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

MEDEIROS, Fabiana Kelly; AQUINO, Robson César Alves de; RODRIGUES, Ayane Maria Teixeira; SILVA, Hevair Castro; DIAS, Iago Bruno Campos; FERREIRA, Heber Sivini. Produção de tijolos maciços e placas cerâmicas de revestimento com adição de óleo lubrificante usado. **Cerâmica Industrial**, v. 19, n. 2, p. 38-45, 2014.

MEDEIROS, Leonardo Coutinho de. **Cascalho de perfuração da bacia potiguar como matéria-prima no desenvolvimento de massa cerâmica para revestimento**. 2014. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

MENEZES, Romualdo R; NEVES, Gelmires de A.; FERREIRA, Heber C. O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 6, n. 2, p. 303-313, 2002. DOI 10.1590/S1415-43662002000200020.

MONTEIRO, Flanelson Maciel; COSTA, Franciné Alves; MACHADO, Tércio Graciano; ASSIS, Raimison Bezerra de. Caracterização de argila caulínica da região metropolitana de Natal-RN – parte 1. **72º Congresso Anual da ABM**, São Paulo, p. 3658-3669, 2017. DOI [10.5151/1516-392X-30958](https://doi.org/10.5151/1516-392X-30958).

MONTEIRO, Sergio Neves; VIEIRA, Carlos Maurício Fontes. On the production of fired red clay bricks from waste materials: a critical update. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 599-610, 2014. DOI 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.006.

MONTGOMERY, Douglas C. **Diseño y análisis de experimentos**. Traducción: Jaime Delgado Saldivar. México, DF: Iberoamérica, 1991.

MONTGOMERY, Douglas C.; RUNGER, George C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

MORAIS, Dirceu Medeiros de; SPOSTO, Rosa Maria. Propriedades tecnológicas e mineralógicas das argilas e suas influências na qualidade de blocos cerâmicos de vedação que abastecem o mercado do Distrito Federal. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 5/6, p. 35- 38, 2006.

MOUKALLED, F.; MANGANI, L.; DARWISH, M. **The finite volume method in computational fluid dynamics**: an advanced introduction with OpenFOAM and Matlab. New York: Springer, 2016.

MOURA, Vitor Furtado de. **Análise térmica computacional via CFD OpenFOAM**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro Tecnológico, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2018.

MURRAY, Haydn H. **Applied clay mineralogy**. 6. ed. Amsterdam: Elsevier, 2007

MUJUMDAR, Arun S. (Ed.). **Handbook of Industrial Drying**. 3. ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2006. DOI 10.1201/9781420017618.

MUJUMDAR, Arun S.; KUDRA, Tadeusz. **Advanced Drying Technologies**. 2. ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2009. DOI 10.1201/9781420073898.

MYMRINE, V.; PONTE, M. J. J. S.; PONTE, H. A.; KAMINARI, N. M. S.; PAWLOWSKY, U.; SOLYON, G. J. P. Oily diatomite and galvanic wastes as raw materials for red ceramics fabrication. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 360-364, 2013.

PENKOVA, N. Y.; MLADENOV, B. M.; KRUMOV, K. S. Finite elements analysis of mass transfer and mechanical processes in ceramic ware at convective drying. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 595, The XXIIInd National Conference on Thermodynamics with International Participation, Galati, Romania, May 2019. DOI 10.1088/1757-899X/595/1/012003.

NASCIMENTO, Carlos Renner do. **Estudo sobre tratamento térmico e mudança superficial da diatomita de Punaú/RN para o desenvolvimento de um auxiliar de filtração**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.

NASCIMENTO, José Jefferson da Silva. **Fenômenos de difusão transiente em sólidos paralelepípedos**. Estudo de caso: secagem de materiais cerâmicos. 2002. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2002.

NASCIMENTO, José Jefferson da Silva; LIMA, Antonio Gilson Barbosa de. Experimental drying of ceramics bricks including shrinkage. **Defect and Diffusion Forum**, v. 365, n. 10, p. 106-111, 2015.

NASCIMENTO, José Jefferson da Silva; LIMA, Antonio Gilson Barbosa de; SANTANA, Ed Weine Fernandes; BELO, Francisco Antônio; NEVES, Gelmires de Araújo; SANTANA, Liziane Navarro; BATISTA, Valmir Rodrigues. Experimental drying of ceramic bricks including shrinkage. **18th International Congress of Mechanical Engineering**, Ouro Preto, MG, v. 1. p. 1-7, Nov. 2005.

NICOLITE, Micaela. **Aproveitamento de resíduo da produção de alumina eletrofundida em cerâmica vermelha**. 2017. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2017.

NOCITI, Denyse Meirelles. **Aproveitamento de rejeitos oriundos da extração de minério de ferro na fabricação de cerâmicas vermelhas**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica na área de Materiais) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

OLEK, Wieslaw; WERES, Jerzy. Effects of the method of identification of the diffusion coefficient on accuracy of modeling bound water transfer in wood. **Transport in Porous Media**, v. 66, n. 2, p. 135-144, 2007. DOI 10.1007/s11242-006-9010-6.

OUMMADI, Siham; NAIT-ALI, Benoît; ALZINA, Arnaud.; VICTOR, Jean-Louis; LAUNAY, Yann; MIRDRIKVAND, Mojtaba; DREHER, Wolfgang; REZWAN, Kurosch; SMITH, David Stanley. Distribution of water in ceramic green bodies during drying. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 39, n. 10, p. 3164-3172, 2019. DOI 10.1016/j.jeurceramsoc.2019.04.005.

PARK, K. J.; ANTONIO, G. C.; OLIVEIRA, R. A.; PARK, K. J. B. **Apostila de conceitos de processo e equipamentos de secagem**. Campinas: Centro de Tecnologia e Engenharia Agroindustrial, 2007.

PEDROTI, Leonardo Gonçalves. **Desenvolvimento de massa cerâmica com o uso de resíduo de granito para obtenção de blocos cerâmicos prensados de encaixe de matriz argilosa**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2011.

PINHEIRO, Bruno C. A.; HOLANDA, José N. F. Processing of red ceramics incorporated with encapsulated petroleum waste. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 15-16, p. 5606-5610, 2009. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2009.05.018.

PINHEIRO, Rinaldo José Barbosa. **Estabilização de solos**. Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria, 2003.

PUYATE, Y. T.; LAWRENCE, C. J. Sherwood's models for the falling-rate period: a missing link at moderate drying intensity. **Chemical Engineering Science**, v. 61, n. 21, p. 7177- 7183, 2006. DOI 10.1016/j.ces.2006.06.024.

REED, James S. **Principles of ceramics processing**. 2. ed. Hoboken, New Jersey: Wiley, 1995.

REIS, A. S.; OLIVEIRA, J. N.; DELLA-SAGRILLO, V.P.; VALENZUELA-DIAZ, F.R.. Caracterização e avaliação das propriedades cerâmicas de argila utilizada em cerâmica estrutural. **21º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Cuiabá, MT, p. 630-637, nov. 2014.

RODRIGUES, Maria Isabel; IEMMA, Antônio Francisco. **Planejamento de experimentos e otimização de processos: uma estratégia sequencial de planejamentos**. Campinas: Casa do Pão, 2005.

RODRIGUES, L. R; RODRIGUES, E. R.; ALBANI, C. B.; REIS, A. S.; LOUZADA, D. M.; DELLA SAGRILLO, V. P. Resíduo do processo Kraft (dregs) como matéria-prima alternativa para cerâmica vermelha. **Cerâmica**, v. 65, n. 373, p. 162-169, 2019. DOI 10.1590/0366-69132019653732431.

SALES JUNIOR, José Carlos Calado. **Avaliação da potencialidade de argilas de queima clara como matérias-primas para o desenvolvimento de novos produtos cerâmicos**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

SHENG, Guodong; DONG, Huaping; LI, Yimin. Characterization of diatomite and its application for the retention of radiocobalt: role of environmental parameters. **Journal of Environmental Radioactivity**, v. 113, p. 108-115, 2012. DOI 10.1016/j.jenvrad.2012.05.011.

SHENG, Guodong; YANG, P.; TANG, Y.; HU, Q.; LI, H.; REN, X.; HU, B.; WANG, X.; HUANG, Y. New insights into the primary roles of diatomite in the enhanced sequestration of  $UO_2^{2+}$  by zero valent iron nanoparticles: an advanced approach utilizing XPS and EXAFS. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 193, p. 189-197, 2016.

SILVA, Fabiane Leocádia da. **Aproveitamento e reciclagem de resíduos de concentração de minério de ferro na produção de Pavers e cerâmica**. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2014.

SILVA, Joselito Barbosa da. **Simulação e experimentação da secagem de tijolos cerâmicos vazados**. 2009. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2009.

SILVA, L. D. da; SILVA, W. P. da; SILVA, C. M. D. P. S.; FARIAS, V. S. O. Descrição da secagem de placas cerâmicas por meio de um modelo de difusão. **Cerâmica**, v. 59, n. 351, p. 409-416, 2013. DOI 10.1590/S0366-69132013000300010.

SILVA, Paula Luciana Bezerra da; SOUZA, Lídia Dely Alves de; PINHEIRO, Viviane Pinheiro da; HARIMA, Eiji; LEITE, José Yvan Pereira. Caracterização da diatomita de Rio do Fogo-RN – Brasil. **Holos**, v. 3, 2009. DOI 10.15628/holos.2009.260.

SILVA, Wilton Pereira. **Transporte difusivo em sólidos com forma arbitrária usando coordenadas generalizadas**. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos). Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2007. DOI 10.12702/TS-000000002.

SILVA, Veralúcia Severina da. **Transferência de calor e massa em materiais com forma complexa via método da análise concentrada**. Estudo de caso: secagem de materiais cerâmicos. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia Processos) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

SILVA, Wilton Pereira; SILVA, Cleide Maria Diniz Pereira da Silva e; SILVA, Laerson Duarte da; FARIAS, Vera Solange de Oliveira. Drying of clay slabs: experimental determination and prediction by two-dimensional diffusion models. **Ceramics International**, v. 39, n. 7, p. 7911-7919, 2013.

SOUZA, Rodrigo Buchfink de. **Desenvolvimento de elementos cerâmicos para uso em dispositivos de inspeção de dutos (PIGS)**. 2010. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

SOUZA SANTOS, Pérsio. **Ciência e tecnologia de argilas**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1989.

SOUZA SANTOS Pérsio. **Tecnologia das argilas**. São Paulo: Edgard Blücher, 1975.

TAHERI-GARAVAND, Amin; RAFIEE, Shahin; KEYHANI, Alireza. Study on effective moisture diffusivity, activation energy and mathematical modeling of thin layer drying kinetics of bell pepper. **Australian Journal of Crop Science**, v. 5, n. 2, p. 128-131, 2011.

ÜNAL, Osman; UYGUNOĞLU, Tayfun; YILDIZ, Ahmet. Investigation of properties of low-strength concrete for thermal insulation. **Building and Environment**, v. 42, n. 2, p. 584-590, 2007. DOI 10.1016/j.buildenv.2005.09.024.

UYGUNOĞLU, Tayfun; ÜNAL, Osman. Use of lightweight block element produced by diatomite in the construction. **Antalya yo" resi infaat mu"hendisligi sorunlari**, Antalya, Turkey, p. 336-340, 2005. [in Turkish].

VASCONCELOS F. **Restos de tijolos formam bloco mais resistente**. Brasília: Secom/UnB, 2009.

VIEIRA, Carlos Maurício Fontes; FEITOSA, Hygina Sales; MONTEIRO, Sérgio Neves. Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através da curva de Bigot. **Cerâmica Industrial**, v. 8, n. 1, p. 42-46, 2003.

WENG, Chih-Huang; LIN, DENG-FONG; CHIANG, Pen-Chi. Utilization of sludge as brick material. **Advances in Environmental Research**, v. 7, p. 679-685, 2003. DOI 10.1016/S1093-0191(02)00037-0.

YE, Xinxin; KANG, Shenghong; WANG, Huimin; LI, Hongying; ZHANG, Yunxia; WANG, Guozhong; ZHAO, Huijun. Modified natural diatomite and its enhanced immobilization of lead, copper and cadmium in simulated contaminated soils. **Journal of Hazardous Materials**, v. 289, p. 210-218, 2015. DOI 10.1016/j.jhazmat.2015.02.052.

ZHANG, Xuebin; LIU, Xingqin; MENG, Guangyao. Sintering kinetics of porous ceramics from natural diatomite. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 88, n. 7, p. 1826-1830, 2005. DOI 10.1111/j.1551-2916.2005.00288.x.

## APÊNDICE A

### Resultados experimentais de retração volumétrica utilizados para as curvas de secagem das amostras ensaiadas

**Tabela A1** – Condições experimentais para a amostra P10S110H30

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,51	20,582	4,274	5322,911	11,198	0,069736	1	1	0
10	60,472	20,564	4,24	5272,636	10,732	0,02522	0,350975	0,990555	0,044517
20	60,448	20,548	4,224	5246,569	10,58	0,010699	0,139276	0,985658	0,059037
30	60,432	20,542	4,214	5231,235	10,534	0,006305	0,075209	0,982777	0,063431
40	60,424	20,53	4,206	5217,563	10,502	0,003248	0,030641	0,980208	0,066488
50	60,408	20,524	4,216	5227,055	10,49	0,002102	0,013928	0,981992	0,067635
60	60,398	20,514	4,19	5191,429	10,484	0,001528	0,005571	0,975299	0,068208
90	60,398	20,51	4,194	5195,372	10,48	0,001146	0	0,97604	0,06859
120	60,38	20,506	4,184	5180,429	10,48	0,001146	0	0,973232	0,06859
150	60,39	20,508	4,192	5191,7	10,48	0,001146	0	0,97535	0,06859

**Tabela A2** – Condições experimentais para a amostra P10S110H60

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,826	20,626	4,524	5675,797	11,43	0,063652	1	1	0
10	60,748	20,61	4,506	5641,585	10,998	0,023451	0,343465	0,993972	0,040201
20	60,726	20,588	4,49	5613,519	10,86	0,010609	0,133739	0,989027	0,053043
30	60,69	20,588	4,48	5597,696	10,816	0,006514	0,066869	0,98624	0,057138
40	60,666	20,58	4,466	5575,829	10,804	0,005397	0,048632	0,982387	0,058254
50	60,666	20,562	4,448	5548,499	10,798	0,004839	0,039514	0,977572	0,058813
60	60,662	20,552	4,444	5540,448	10,792	0,004281	0,030395	0,976153	0,059371
90	60,652	20,548	4,44	5533,471	10,772	0,00242	0	0,974924	0,061232
120	60,646	20,552	4,438	5531,508	10,772	0,00242	0	0,974578	0,061232
150	60,654	20,56	4,442	5539,379	10,772	0,00242	0	0,975965	0,061232
180	60,638	20,564	4,444	5541,489	10,772	0,00242	0	0,976337	0,061232

**Tabela A3** – Condições experimentais para a amostra P10S60H30

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,62	20,49	4,642	5765,846	11,52	0,066	1	1	0
10	60,566	20,44	4,572	5659,994	11,254	0,042	0,563934	0,981642	0,024
20	60,536	20,44	4,56	5642,343	11,16	0,033	0,409836	0,97858	0,033
30	60,53	20,444	4,55	5630,513	11,074	0,025	0,268852	0,976528	0,041
40	60,504	20,43	4,534	5604,463	11,024	0,02	0,186885	0,97201	0,046
50	60,504	20,432	4,532	5602,539	10,986	0,017	0,12459	0,971677	0,049
60	60,5	20,442	4,522	5592,543	10,97	0,015	0,098361	0,969943	0,051
90	60,494	20,45	4,53	5604,073	10,952	0,014	0,068852	0,971943	0,052
120	60,48	20,45	4,526	5597,829	10,924	0,011	0,022951	0,97086	0,055
150	60,484	20,452	4,5475	5625,343	10,92	0,011	0,016393	0,975632	0,055
180	60,486	20,452	4,522	5593,984	10,91	0,001	0	0,970193	0,065
210	60,484	20,458	4,516	5588,016	10,91	0,001	0	0,969158	0,065
240	60,48	20,456	4,518	5589,574	10,91	0,001	0	0,969428	0,065

**Tabela A4** – Condições experimentais para a amostra P10S60H60

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,612	20,502	4,466	5549,752	11,538	0,076708	1	1	0
10	60,514	20,456	4,404	5451,599	11,322	0,056551	0,666667	0,982314	0,020157
20	60,484	20,426	4,364	5391,487	11,172	0,042553	0,435185	0,971483	0,034155
30	60,468	20,416	4,324	5338,042	11,066	0,032661	0,271605	0,961852	0,044046
40	60,428	20,392	4,32	5323,31	11	0,026502	0,169753	0,959198	0,050205
50	60,442	20,404	4,33	5340,01	10,972	0,02389	0,126543	0,962207	0,052818
60	60,45	20,396	4,332	5341,088	10,952	0,022023	0,095679	0,962401	0,054685
90	60,458	20,394	4,352	5365,931	10,918	0,01885	0,04321	0,966878	0,057857
120	60,454	20,396	4,354	5368,568	10,898	0,016984	0,012346	0,967353	0,059724
150	60,408	20,36	4,336	5332,876	10,89	0,016237	0	0,960922	0,06047
180	60,41	20,368	4,336	5335,148	10,89	0,016237	0	0,961331	0,06047
210	60,436	20,38	4,33	5333,199	10,89	0,016237	0	0,96098	0,06047
240	60,442	20,39	4,346	5356,064	10,89	0,016237	0	0,9651	0,06047

**Tabela A5** – Condições experimentais para a amostra P30S110H30

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,648	20,516	4,702	5850,484	11,538	0,065177	1	1	0
10	60,604	20,498	4,688	5823,719	11,038	0,019018	0,283668	0,995425	0,04616
20	60,59	20,484	4,668	5793,574	10,914	0,00757	0,106017	0,990273	0,057607
30	60,566	20,46	4,644	5754,754	10,882	0,004616	0,060172	0,983637	0,060561
40	60,558	20,452	4,634	5739,358	10,876	0,004062	0,051576	0,981006	0,061115
50	60,556	20,436	4,628	5727,254	10,866	0,003139	0,037249	0,978937	0,062038
60	60,542	20,43	4,612	5704,459	10,854	0,002031	0,020057	0,97504	0,063146
90	60,538	20,428	4,614	5705,997	10,84	0,000739	0	0,975303	0,064439
120	60,54	20,432	4,612	5704,829	10,84	0,000739	0	0,975104	0,064439
150	60,548	20,436	4,618	5714,124	10,84	0,000739	0	0,976692	0,064439

**Tabela A6** – Condições experimentais para a amostra P30S110H60

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,61	20,496	4,738	5885,84	11,466	0,054442	1	1	0
10	60,596	20,496	4,706	5844,737	11,092	0,020048	0,361775	0,993017	0,034394
20	60,582	20,492	4,672	5800,037	10,968	0,008644	0,150171	0,985422	0,045797
30	60,548	20,488	4,644	5760,916	10,936	0,005702	0,095563	0,978776	0,04874
40	60,548	20,476	4,632	5742,665	10,934	0,005518	0,09215	0,975675	0,048924
50	60,548	20,478	4,632	5743,226	10,91	0,003311	0,051195	0,97577	0,051131
60	60,55	20,464	4,62	5724,62	10,912	0,003495	0,054608	0,972609	0,050947
90	60,556	20,474	4,62	5727,985	10,886	0,001104	0,010239	0,973181	0,053338
120	60,556	20,482	4,616	5725,262	10,886	0,001104	0,010239	0,972718	0,053338
150	60,548	20,476	4,608	5712,91	10,88	0,000552	0	0,970619	0,05389
180	60,552	20,474	4,612	5717,688	10,88	0,000552	0	0,971431	0,05389
210	60,544	20,474	4,608	5711,975	10,88	0,000552	0	0,97046	0,05389

**Tabela A7** – Condições experimentais para a amostra P30S60H30

PLACA CERÂMICA – T = 60 C UR = 9,45									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	M (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> - M
0	60,748	20,57	4,566	5705,611	11,446	0,073532	1	1	0
10	60,706	20,538	4,53	5647,913	11,202	0,050647	0,649425	0,989887	0,022885
20	60,63	20,48	4,492	5577,727	11,06	0,037329	0,445402	0,977586	0,036203
30	60,548	20,446	4,444	5501,514	10,956	0,027575	0,295977	0,964229	0,045958
40	60,528	20,438	4,432	5482,7	10,884	0,020822	0,192529	0,960931	0,052711
50	60,532	20,462	4,456	5519,227	10,848	0,017445	0,140805	0,967333	0,056087
60	60,526	20,462	4,448	5508,772	10,816	0,014444	0,094828	0,965501	0,059088
90	60,528	20,464	4,444	5504,538	10,772	0,010317	0,031609	0,964759	0,063215
120	60,528	20,466	4,448	5510,031	10,766	0,009754	0,022989	0,965721	0,063778
150	60,526	20,46	4,438	5495,85	10,758	0,009004	0,011494	0,963236	0,064528
180	60,56	20,486	4,472	5548,107	10,756	0,008816	0,008621	0,972395	0,064716
210	60,536	20,472	4,466	5534,683	10,75	0,008254	0	0,970042	0,065279
240	60,49	20,452	4,432	5483,011	10,75	0,008254	0	0,960986	0,065279
270	60,532	20,464	4,45	5512,334	10,75	0,008254	0	0,966125	0,065279

**Tabela A8** – Condições experimentais para a amostra P30S60H60

ARGILA PARA CERÂMICA VERMELHA – T = 60 C – UR =									
t (min)	C (mm)	L (mm)	H (mm)	V (mm <sup>3</sup> )	m (g)	M (b.s)	M* (adm)	V/V <sub>0</sub>	M <sub>0</sub> -M
0	60,798	20,602	4,468	5596,44	11,514	0,077485	1	1	0
10	60,748	20,566	4,44	5547,085	11,28	0,055587	0,667614	0,991181	0,021898
20	60,748	20,57	4,436	5543,165	11,112	0,039865	0,428977	0,990481	0,037619
30	60,714	20,566	4,428	5528,996	11,022	0,031443	0,301136	0,987949	0,046042
40	60,682	20,556	4,416	5508,427	10,948	0,024518	0,196023	0,984273	0,052966
50	60,648	20,54	4,41	5493,581	10,906	0,020588	0,136364	0,981621	0,056897
60	60,642	20,534	4,408	5488,942	10,88	0,018155	0,099432	0,980792	0,05933
90	60,64	20,54	4,406	5487,874	10,834	0,01385	0,034091	0,980601	0,063635
120	60,624	20,538	4,41	5490,872	10,822	0,012727	0,017045	0,981137	0,064758
150	60,636	20,54	4,406	5487,512	10,816	0,012165	0,008523	0,980536	0,065319
180	60,628	20,526	4,404	5480,559	10,816	0,012165	0,008523	0,979294	0,065319
210	60,632	20,526	4,402	5478,432	10,816	0,012165	0,008523	0,978914	0,065319
240	60,636	20,524	4,396	5470,792	10,812	0,011791	0	0,977549	0,065693
270	60,642	20,536	4,388	5464,57	10,81	0,011604	0	0,976437	0,065881
300	60,642	20,546	4,388	5467,231	10,81	0,011604	0	0,976912	0,065881
330	60,642	20,54	4,396	5475,599	10,81	0,011604	0	0,978408	0,065881