

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA - CCT  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

***Incorporação de Resíduo de Granito em Massa Cerâmica para  
Revestimentos***

Área de Concentração: Estrutura, Processamento e Propriedades de Materiais.

Linha de Pesquisa: Materiais Cerâmicos Tradicionais

Mestrando: Bartolomeu Jorge da Silva

Orientadores: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lisiane Navarro de Lima Santana

Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

Campina Grande - PB

- 2007 -

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA - CCT  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

***Incorporação de Resíduo de Granito em Massa Cerâmica para  
Revestimentos***

Área de Concentração: Estrutura, Processamento e Propriedades de Materiais.

Linha de Pesquisa: Materiais Cerâmicos Tradicionais

Mestrando: Bartolomeu Jorge da Silva

Orientadores: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Lisiane Navarro de Lima Santana

Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

Campina Grande - PB

- 2007 -



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCCG

S586i

2007 Silva, Bartolomeu Jorge da.

Incorporação de resíduo de granito em massa cerâmica para revestimento / Bartolomeu Jorge da Silva.— Campina Grande, 2007. 61f.: il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Referências.

Orientadores : Profª Dra. Lisiane Navarro de Lima Santana, Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves.

1. Reciclagem. 2. Resíduo de granito. 3. Massas cerâmicas. 4. Planejamento experimental. I. Título.


CDU – 666.32(043)

## Bartolomeu Jorge da Silva


### Incorporação de Resíduos de Granito em Massa Cerâmica para Revestimento

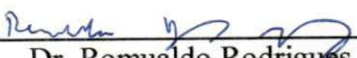
Dissertação aprovada em 21 de Dezembro de 2007, pela banca examinadora constituída dos seguintes membros.

#### Banca examinadora:

  
Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Lisiane Navarro de Lima Santana  
(Orientadora)

  
Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves  
(Orientador)

  
Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Edilane Laranjeira  
(examinadora externa – UEPB)

  
Dr. Romualdo Rodrigues Menezes  
(examinador externo – UAEMA/UFCG)

Às memórias dos meus pais, pois, mesmo semi-escolarizados, dedicaram-se a minha educação, correção, honestidade e a abnegação ao que é certo, o que à vista disso nada resultará errado. Dedico este trabalho.

## Agradecimentos

- Começo os meus agradecimentos a Deus, O Grande Arquiteto do Universo, que dotou a Sua criatura humana do mais complexo sistema que existe neste Universo: um cérebro inteligente e com as mais perfeitas “ferramentas”: as mãos.
- Com uma menção especial, os meus agradecimentos a Professora Doutora **Lisiane Navarro de Lima Santana**, pelo seu incondicional apoio, disponibilidade e orientação.
- Ao Professor Doutor **Gelmires de Araújo Neves**, pela co-orientação deste trabalho.
- Ao doutor pesquisador **Romualdo Rodrigues Menezes** pela troca de idéias, sugestões, orientações e disponibilidade na realização dos ensaios mecânicos e minuciosa revisão final.
- Ao colega de trabalho, **Wherllyson Patricio Gonçalves**, pela significativa colaboração e auxílio nos trabalhos realizados.
- Aos colegas de turma, que juntos, participamos das equipes de trabalhos, pela solidariedade, descontração e o compartilhamento de experiências.
- Aos professores da pós-graduação pelas transmissões de conhecimentos didáticos e experimentais e que contribuíram direta e indiretamente à minha formação profissional.
- A toda equipe de Coordenação do Mestrado, pela presteza no atendimento às necessidades documentais e burocráticas

“A ambição é o puro senso de dever, pois a si só não produz frutos realmente importantes para a pessoa humana, pelo contrario os frutos verdadeiros derivam do amor e da dedicação para com as pessoas e as coisas”. *Albert Einstein*

## RESUMO

A reciclagem do resíduo da serragem do granito como matéria-prima alternativa em formulações cerâmicas vem sendo muito estudada nos últimos anos, entretanto, sem a utilização de planejamentos experimentais. Assim, este trabalho tem por objetivo formular o comportamento da absorção de água e da resistência mecânica de massas cerâmicas contendo resíduo de granito através da metodologia de planejamento experimental. O resíduo foi caracterizado quanto à análise química, distribuição granulométrica, ATD e DRX. Após as caracterizações foram definidas as composições utilizado um planejamento em rede simplex. Após formulação os corpos de prova foram secos a 110°C em seguida determinaram-se as propriedades físico-mecânicas tais como: tensão de ruptura à flexão, absorção de água e a retração linear após queima nas temperaturas de 1000, 1100 e 1150°C. Os resultados indicaram que o resíduo é constituído por quartzo, mica e feldspato e que a adição de 25% do resíduo de granito na massa favoreceu a obtenção de corpos cerâmicos com as melhores propriedades tecnológicas. Com base nos resultados pode-se concluir que a metodologia de planejamento experimental associada à superfície de resposta é uma ferramenta que possibilita o desenvolvimento composições com a maximização do teor de resíduo da serragem de granito.

Palavras-chave: Reciclagem, resíduo de granito, massas cerâmicas, planejamento experimental



## ABSTRACT

The recycling of granite sawing wastes as alternative raw materials in ceramic mass has been studied by several researchers in the last years. However, these studies are made without experimental design. Thus, the aim of this work is to verify the behavior of water absorption and mechanical strength after firing from ceramic mass with residue from granite by experimental design. The samples was characterized in terms of particle size distribution, chemical composition, X-ray diffraction and thermal differential analyses. After the characterizations they were defined the compositions were determined using a simplex-lattice experimental. The samples were fired at 1000, 1100 and 1150°C and submitted to water absorption and mechanical strength measurements. The results indicated that waste consisted of quartz, mica and feldspar and with 25% of granite waste addition the ceramic body presented the best technological properties. Based on the results it can be concluded that the simplex-lattice experimental method and the response surface is a tool that can help to develop formulations with a maximum amount of residue from granite.

Keywords: granite, waste, tile, ceramic, experimental design.

## ABREVIATURAS E SIMBOLOGIA

- AA - Absorção de água
- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
- $Al_2O_3$  - Óxido de alumínio (alumina)
- ATD – Análise térmica diferencial
- CaO – Óxido de cálcio
- CCT – Centro de Ciências e Tecnologia
- CODE - Organização para Cooperação e Desenvolvimento Econômico
- $Fe_2O_3$  . Óxido de ferro
- FRX - fluorescência de raios X
- ISO - Organização Internacional para Padronização (em inglês: *International Organization for Standardization*)
- $K_2O$  – Óxido de potássio
- LAMMEA - Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estrutura Ativa
- MASSA CERÂMICA - As massas cerâmicas são a mistura de uma ou mais argilas.
- MEA - massa específica aparente
- MPa – Mega Pascal
- MR – Módulo de ruptura
- NBR – Norma Brasileira Regulamentada
- $Na_2O$ - Óxido de sódio
- PA - porosidade aparente.
- PF - perda ao fogo
- RL - retração linear
- RSM - Metodologia de superfícies de resposta
- $SiO_2$  - Óxido de silício (sílica)
- TRF - tensão de ruptura à flexão
- US\$ - dólares americanos
- Y – Estimativa de resposta
- X – Proporção dos componentes na mistura
- $\mu m$  – Micrômetro

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 3.1 – Composições obtidas através do planejamento em rede simplex {3,2} para as formulações estudadas.....</b>	<b>35</b>
<b>Tabela 4.1. Composição química das amostras estudadas. ....</b>	<b>39</b>
<b>Tabela 4.2. Distribuição do tamanho de partículas das matérias-primas.....</b>	<b>39</b>
<b>Tabela 4.3 – Valores da absorção de água e módulo de ruptura dos corpos de prova obtidos com as massas contendo resíduo.....</b>	<b>43</b>
<b>Tabela 4.4 – Estatísticas relevantes da análise de variância das variáveis de absorção de água (AA) e módulo de ruptura (MR).....</b>	<b>44</b>
<b>Tabela 4.5 - Composições utilizadas nos testes dos modelos e os respectivos valores observados experimentais e previstos de absorção de água (AA) e módulo de ruptura (MR).....</b>	<b>53</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 2.1. Depósito a céu aberto de blocos de granito em uma jazida.....</b>	<b>21</b>
<b>Figura 3.1 – (a) Esquema das formulações no diagrama ternário, (b) a região do diagrama onde obteve-se as superfícies de resposta.....</b>	<b>34</b>
<b>Figura 4.1. Distribuição dos tamanhos de partículas: (a) da argila ball clay, (b) resíduo de granito; (c) do quartzo.....</b>	<b>40</b>
<b>Figura 4.2 - Termograma da argila, resíduo e do quartzo. ....</b>	<b>41</b>
<b>Figura 4.3 – Difractogramas: a) argila ball-clay; b) resíduo de granito; c) quartzo.. ...</b>	<b>41</b>
<b>Figura 4.4 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1000°C... 45</b>	
<b>Figura 4.5 - Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1000°C .....</b>	<b>47</b>
<b>Figura 4.6 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1100°C.. 49</b>	
<b>Figura 4.7 - Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1100°C .....</b>	<b>50</b>
<b>Figura 4.8 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1150°C... 51</b>	
<b>Figura 4.9- Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1150°C. ....</b>	<b>52</b>

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
<b>1.1 - Objetivo Geral</b>	<b>14</b>
<b>1.1.2 - Objetivos específicos:</b>	<b>14</b>
<b>1.2 - Justificativa</b>	<b>15</b>
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>17</b>
<b>2.1. Granito</b>	<b>19</b>
<b>2.1.1 Beneficiamento do granito</b>	<b>20</b>
<b>2.2 Matérias-primas da cerâmica tradicional</b>	<b>22</b>
<b>2.3 - Trabalhos envolvendo resíduo do granito em Massas Cerâmicas</b>	<b>24</b>
<b>2.4 - Usos do delineamento de misturas</b>	<b>29</b>
<b>2.4.1 - Metodologia de superfícies de resposta</b>	<b>30</b>
<b>3. METODOLOGIA.....</b>	<b>32</b>
<b>3.1 Materiais</b>	<b>32</b>
<b>3.2 Métodos</b>	<b>32</b>
<b>3.2.1 Beneficiamento</b>	<b>32</b>
<b>3.2.2 Caracterização Física e Mineralógica</b>	<b>33</b>
<b>3.2.3 Delineamento das Composições</b>	<b>33</b>
<b>3.2.4 Processos de Conformação dos Corpos de Prova</b>	<b>35</b>
<b>3.2.5 Etapa de Secagem</b>	<b>35</b>
<b>3.2.6 Etapa de Queima</b>	<b>36</b>
<b>3.2.7 Propriedades Físico-mecânicas</b>	<b>36</b>
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>38</b>
<b>5. CONCLUSÕES.....</b>	<b>54</b>
<b>6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>55</b>
<b>7. REFERÊNCIAS .....</b>	<b>56</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento tecnológico e o progresso produtivo trazem agressões ao meio ambiente podendo alterá-lo, afetando a saúde das pessoas e da biota que habitam. Nas últimas décadas as considerações ambientais começaram a ter um papel prioritário na maioria dos países, havendo maior preocupação em tratar, reduzir ou reaproveitar os resíduos gerados. Os bens minerais têm uma importância significativa para a sociedade, na qual nenhuma civilização pode prescindir do seu uso, principalmente, quando se pensa em qualidade de vida, uma vez que as necessidades básicas do ser humano são atendidas essencialmente por estes recursos. (KUMMER et al. 2007)

Não é segredo que a indústria brasileira de granito tem crescido extraordinariamente ao longo da última década. No início de 1990, os fornecedores de granito brasileiros começaram um sério programa de marketing para o mercado americano, e as exportações de granito do Brasil para os Estados Unidos atingiram um total de US\$19.5 milhões em 1994. Cinco anos mais tarde, este total atingiu US\$42.9 milhões, e em 2004, um total de US\$267.9 milhões em exportações de granito brasileiro para os Estados Unidos. As exportações de rochas ornamentais somaram US\$ 726,1 milhões em 2007, o que superou em US\$ 48 milhões o faturamento do ano anterior. (GIOVANINI 2008).

A produção estimada de rochas ornamentais em 2006, considerando os dados da Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais - ABIROCHAS apresentou variação positiva de 9,1% de 2005 para 2006, atingindo 7.521.759 toneladas. O crescimento da produção foi mais uma vez sustentado pelo aumento das exportações, uma vez que o mercado interno cresceu somente 2%. As exportações em 2000 foram responsáveis pela venda de 24,6% da produção nacional. Em 2006, devido ao acréscimo dos números registrados, as exportações atingiram um expressivo patamar de 43,4 % (3.263.995 ton), segundo dados da ABIROCHAS. (HEIDER et al., 2007)

Em 2005, as exportações brasileiras totais de rochas ornamentais somaram US\$ 790 milhões, aumento de 31,45% em relação a 2004. Em peso as exportações alcançaram 2,15 milhões de toneladas, aumento de 17,23% em relação a 2004, material este destinado, principalmente, para EUA, China, Espanha, Reino Unido e Itália, dentre outros ([www.dnrm.gov.br, 2006]).

Já no ano de 2006, de janeiro a junho, as exportações de rochas ornamentais e de revestimento totalizam US\$ 474 milhões, valor este superior em 36% o realizado em igual período no ano passado. Esses números são uma clara demonstração da pujança desse segmento da indústria mineral ([www.dnpm.gov.br](http://www.dnpm.gov.br), 2006). Cada ano que passa este segmento da indústria mineral, o de rochas ornamentais, ganha mais destaque na economia nacional, tornando-se cada vez mais num grande vetor de geração de emprego e renda para a população.

Para o uso destas rochas na construção civil, é necessário o seu desdobramento para obtenção de blocos e chapas brutas. Em seguida é feito um processo de polimento nas peças serradas, resultando em produtos acabados para o mercado. Este processo de desdobramento e beneficiamento gera enormes quantidades de resíduos na forma de lama. A lama quando seca torna-se um resíduo sólido não biodegradável classificado como resíduo classe III - inerte. A indústria de corte de granito produz grandes quantidades desses resíduos em todo o mundo e que podem alcançar entre 20 a 25% em peso do granito bruto. Entretanto, quando este resíduo não é descartado de forma correta pode alcançar rios, lagoas, córregos e até mesmo os reservatórios naturais de água, provocando problemas de assoreamento, causando danos ao meio ambiente (MOTHÉ FILHO et al., 2001 e SILVA, 1998).

A Região Nordeste é uma área onde se concentra grande quantidade de indústrias de beneficiamento, sendo responsáveis pela liberação de centenas de toneladas de resíduo por ano no meio ambiente. Este quadro de descaso é agravado ainda mais, pelos indicativos de crescimento da produção, despertando a preocupação de ambientalistas e da comunidade em geral, em vista de um cenário ainda mais perigoso e danoso ao meio ambiente e à saúde da população.

Os resíduos de serragem de rochas ornamentais, aparentemente sem valor industrial, podem ser usados como componente importante de massas argilosas na fabricação de produtos cerâmicos para uso na construção civil (MOTHÉ et al., 2001; MENEZES et al., 2002 e XAVIER et al., 2002). As razões para isto estão relacionadas aos seguintes aspectos principais: i) a composição químico-mineralógica do resíduo; ii) a sua natureza não plástica; e iii) não causa poluição durante a fabricação e uso dos novos produtos cerâmicos.

Segundo Sauterey (1978), a construção civil é o ramo da atividade tecnológica que

pelo volume de recursos naturais consumidos, parece ser o mais indicado para absorver resíduos sólidos, como os das rochas graníticas ornamentais. O reaproveitamento de resíduos, de maneira integral ou como coadjuvante em ramos industriais cerâmicos, que englobam em grande parte a construção civil, pode contribuir para diversificar a oferta de matérias-primas para produção de componentes cerâmicos e reduzir os custos da construção civil, o que é de vital importância, principalmente em um país com elevado déficit habitacional como o Brasil.

A reciclagem de resíduos industriais não é uma questão simples, focalizada em termos de conhecimento. Pelo contrário, requer conhecimentos multidisciplinares, que se baseiam em técnicas de engenharia, princípios de economia, das ciências sociais e das técnicas de planejamento urbano e regional.

## **1.1 - Objetivo Geral**

Este trabalho tem por objetivo avaliar as possibilidades de utilização de resíduo granítico, como matéria prima alternativa na produção de revestimentos cerâmicos.

### **1.1.2 - Objetivos específicos:**

- ✓ Determinar as características físicas e mineralógicas das matérias-primas.
- ✓ Utilizar a Metodologia de Delineamento de Misturas.
- ✓ Determinar as propriedades físico-mecânicas dos corpos de prova sinterizados.
- ✓ Determinar as composições ótimas.
- ✓ Promover o incentivo de idéias para estimular a aplicação de resíduos sólidos como aditivo à formulação e delineamento de novas composições de materiais cerâmicos.



## 1.2 - Justificativa

Desde a Revolução Industrial o homem tem modificado de uma forma muito rápida os seus hábitos de consumo, a demanda contínua para índices de produtividade mais altos conduziu a uma diminuição rápida dos recursos naturais e ao mesmo tempo a geração de um alto volume de resíduos. Em geral esses resíduos são descartados em lagos, rios, faixas de domínio de rodovias e ao redor das empresas causando uma série de agressões à fauna e flora, bem como à saúde da população.

Diante dessa crescente adversidade, muitas áreas da ciência vêm realizando pesquisas que tornem viável o aproveitamento de resíduos, com o intuito de diminuir os impactos que o progresso humano tem provocado ao ambiente. Um caso evidente de produção industrial que geram enormes quantidades de resíduos, que muitas vezes não tem uma destinação adequada, são os das indústrias de granito.

A indústria da mineração e beneficiamento de granitos é uma das mais promissoras áreas de negócio do setor mineral, apresentando um crescimento médio da produção mundial estimado em 6% ao ano. As indústrias do beneficiamento de granito geram uma enorme quantidade de resíduos, que poluem e degradam o meio ambiente. Esse resíduo é um material não biodegradável que quando descartado gera poluição e degradação do meio ambiente.

A indústria cerâmica, particularmente o setor voltado para a fabricação de produtos da construção civil, tem sido alvo da incorporação de resíduos industriais. Alguns resíduos possuem composição similar às matérias-primas naturais usadas na indústria cerâmica e freqüentemente contém materiais, que além de ser compatível, também beneficia o processo de fabricação. Em termos de composição química, o óxido dominante na grande maioria dos resíduos é a sílica ( $\text{SiO}_2$ ), seguida pela alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ), e finalmente pelos óxidos fundentes (alcalinos e ferro).

A abundância de argilas e as técnicas de processamento relativamente simples favorecem a produção de peças da cerâmica vermelha em quase todas as regiões do país. As matérias-primas mais usadas nas indústrias da cerâmica tradicional podem ser divididas basicamente em três categorias: componentes plásticos (argilas), componentes fundentes (feldspatos) e componentes inertes (quartzo). O resíduo gerado na operação de serragem

das rochas ornamentais, tais como o granito, é uma matéria-prima potencial que poderá ser utilizada como um fundente e redutor de plasticidade em massas cerâmicas. A utilização destes materiais apresenta, dentre outras, a vantagem de diminuir a quantidade de rejeito a ser descartada na natureza gerando impacto ambiental, além de agregar valor a um resíduo indesejável e possibilitar também gerar novos empregos.

Diante deste contexto, constata-se a importância de estudos buscando a reciclagem de resíduos de granito como uma matéria-prima alternativa em massas cerâmicas utilizadas na produção de revestimento.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Desde a Revolução Industrial o homem tem modificado de uma forma muito rápida os seus hábitos de consumo, tornando-se um gerador em potencial de resíduos, em geral não são biodegradáveis. É importante salientar que a contínua demanda para o elevado índice de produtividade no mercado mundial atual tem conduzido a uma rápida redução no que se refere aos recursos naturais e ao mesmo tempo, promove uma elevada geração de volume de resíduos ou subprodutos, a maioria não reciclada diretamente (RIBEIRO et al., 2007). Resíduos, de forma geral, são substâncias, produtos ou objetos que ficaram incapazes de utilização para os fins que foram produzidos, ou são subprodutos de um processo de produção, transformação ou utilização e, em ambos os casos, pressupõem-se que o detentor tenha que se desfazer deles (PEREIRA, 2006). As inúmeras indústrias instaladas no mundo sejam de beneficiamento ou de transformação, em razão do elevado volume de produção, são responsáveis pela geração de significativas quantidades de resíduos que são geralmente lançados e depositados diretamente no meio ambiente.

O setor das rochas ornamentais é uma das atividades industriais que mais tem crescido nas três últimas décadas no Brasil e conseqüentemente têm aumentado a quantidade de resíduos que são produzidos.

Apesar de todos os esforços e das novas considerações econômicas e políticas a geração de resíduos sólidos vem aumentando em quantidade e diversidade nas últimas décadas, em todo mundo. Só nos países europeus da CODE (Organização para Cooperação e Desenvolvimento Econômico) entre 1990 e 1995, a produção de resíduos sólidos aumentou em 11%. A quantidade total de resíduos gerada na Europa em 1995 foi estimada em 1,3 bilhões de toneladas, prevendo-se que em 2010, caso não sejam implementadas novas medidas que controle esse crescimento, a produção de resíduos de plásticos, papel e vidro seja de 40 a 60% superior aos níveis de 1990. A indústria de extração mineral é um claro exemplo deste paradigma ainda por resolver: enorme e crescente consumo de recursos naturais não renováveis associados a uma produção descontrolada de resíduos (PUREZA et al., 2007).

Diante desse paradigma, muitas áreas da ciência têm se aprofundado em pesquisas que tornem viável a reutilização de resíduos, com o intuito de diminuir os impactos que o

progresso humano tem provocado ao ambiente, principalmente os causados pelos resíduos industriais. Um caso evidente de produção industrial que geram enormes quantidades de resíduos, que muitas vezes não tem uma destinação adequada, são os das indústrias de beneficiamento de granito.

A indústria cerâmica, especialmente o setor voltado para a fabricação de produtos de construção é capaz de incorporar diferentes tipos de resíduos industriais, pois alguns destes apresentam composição muito equivalente as das matérias-primas usadas na produção de peças cerâmicas. As argilas empregadas como matéria-prima são constituídas de óxidos como  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}$  e apresentam baixa granulometria. Devido ao elevado consumo destas matérias-primas, observa-se que há um potencial a ser explorado, no que tange a reutilização de resíduos com características semelhantes. Todo resíduo industrial que apresenta baixa granulometria possui uma característica objetivada pela indústria cerâmica. Isto porque, a granulometria das matérias-primas interfere em diversas propriedades como, por exemplo, plasticidade da massa, taxas de sinterização, porosidade final e densidade (PUREZA et al., 2007).

O uso do resíduo de granito, como matéria-prima para a indústria de cerâmica vermelha, está baseado na substituição de parte dos materiais plásticos e não plásticos. Esses resíduos têm, em sua constituição mineralógica, um elevado percentual de quartzo e feldspato e pequenas proporções de mica e calcário, dentre outros e, provavelmente, poderão ser utilizados em composições para produtos de cerâmica vermelha com custos mais reduzidos. Portanto, o aproveitamento de resíduos, como matéria-prima cerâmica, juntamente com argilas tem, na realidade, efeitos positivos nas propriedades dos produtos cerâmicos semi-acabados e acabados, influenciando em todas as fases do processo (moldagem, secagem e sinterização) e repercutindo nas propriedades físico-mecânicas dos corpos cerâmicos utilizados em cerâmicas vermelha, tais como, blocos, lajotas e telhas.

A integração do setor industrial com as questões ambientais pode propiciar vantagens tecnológicas, econômicas e ecológicas. A correta destinação dos resíduos industriais (reaproveitamento, reciclagem, tratamento e disposição final) e a adoção de medidas de controle e prevenção da poluição nas indústrias, combinando desempenho ambiental e econômico, irão favorecer a economia dos recursos naturais, reduzirá o impacto ambiental,

agregará valor a um resíduo indesejável e contribuirá para a redução do custo dos produtos obtidos a partir da adição destes resíduos.

## **2.1. Granito**

Granito são placas pétreas usadas como acabamento, obtidas a partir de diversos tipos de rochas. A variedade das rochas é função da sua formação geológica (ígneas ou magmáticas, metamórficas ou sedimentares) e dos minerais que a formam. A pedra granítica é um tipo de rocha magmática e é constituída essencialmente de feldspatos e de quartzo, com menores quantidades de mica e minerais secundários (DETONI, 1996).

Geralmente, as rochas são caracterizadas por seu nome comercial, o que dificulta o conhecimento técnico e científico, já que muitas são chamadas de maneira imprópria. Na verdade, muitas rochas são vendidas com o nome comercial de granito, a exemplo do conhecido "granito" Verde Ubatuba que é um charnockito com características e propriedades diferentes de um granito (DETONI, 1996).

A composição mineralógica dos granitos é definida por associações muito variadas de quartzo, feldspato, mica (biotite e/ou moscovite), anfíbolos (sobretudo hornblenda), piroxenas (augite e hiperstena) e olivina. Alguns desses constituintes podem estar ausentes em determinadas associações mineralógicas, anotando-se diversos outros minerais acessórios em proporções bem mais reduzidas. Quartzo, feldspatos, micas e anfíbolos são os minerais dominantes nas rochas graníticas e afins (wikipédia.org/wiki/granito, 2007)].

O processo de extração de granito começa nas pedreiras, onde essa rocha é encontrada na sua forma natural. O granito pode ser extraído de varias maneiras. No entanto, tem-se observado nos últimos anos, a substituição crescente das técnicas de extração baseada na perfuração e explosivo associado ao maçarico (flame-jet) pela combinação de fio diamantado e massa expansiva, que por si só, garante a preservação das características geológicas e tecnológicas da rocha e volume de produção. Os blocos são então levados às serrarias onde máquinas cortam os mesmos, transformando-os em chapas. Posteriormente, as chapas são trabalhadas e transformadas no produto final (CARVALHO, 2004).

Durante o processo de extração, mais especificamente durante o corte da rocha, são

gerados resíduos grossos e finos. Estimativas indicam que uma empresa pode produzir cerca de 35 toneladas de pó de granito em apenas um mês. Se o resíduo gerado alcançar rios, lagoas, córregos, ou mesmo reservatórios de água, acarretará o assoreamento dos mesmos. Além disso, este resíduo apresenta riscos à saúde humana (podendo causar problemas de silicose) e ainda afeta esteticamente a paisagem (CARVALHO et al., 2007). Após a atividade de lavra e preparação dos blocos e lajes brutas nas pedreiras, estes são enviados para as serrarias para a obtenção do produto final. O corte de blocos de granitos nas serrarias gera uma quantidade apreciável de rejeito, na forma de polpa, chamado de “lama”. Esta lama é normalmente é depositada em tanques ou lagos de decantação que logo ficam repletos e têm de ser rapidamente descartados de algum modo e, às vezes, sem que haja realizado o tratamento dessa de modo eficaz (VIEIRA et al., 2006).

### **2.1.1 Beneficiamento do granito**

O grande desafio na atualidade é o aproveitamento de forma racional dos resíduos provenientes de processos industriais, operações de lavra e no beneficiamento de rochas ornamentais.

O beneficiamento dessas rochas envolve várias etapas. A primeira delas é responsável pela extração dos blocos a céu aberto nas grandes jazidas. Na segunda se processa então o desdobramento dos blocos ou o também chamado beneficiamento primário. Os blocos possuem dimensões médias em torno de 190 x 180 x 300 cm e pesam em torno de 30 toneladas (Figura 2.1), dimensões estas que variam de modo a obter-se um melhor aproveitamento do material durante a extração e de maneira que possibilitem o transporte até as serrarias. Nas serrarias ocorre a transformação dos blocos em chapas com espessuras padrão de 10,20 ou 30 mm, através da utilização de máquinas apropriadas chamadas Teares (CAIADO et al., 1995).

Finalmente a próxima etapa é a transformação das placas em produto final através do uso de equipamentos chamados politrizes. É realizado o levigamento (uniformização da superfície), polimento, lustração, corte e acabamento de maneira a se adequar com as especificações que o produto final requer. No Brasil as indústrias beneficiadoras vêm preocupando proprietários, ambientalistas e governantes pela quantidade crescente de

resíduos. Durante o processo do beneficiamento (principalmente nas serragens) grandes quantidades de resíduos são produzidas na forma de lama, constituídos basicamente de cal hidratada, gralha e rocha moída.

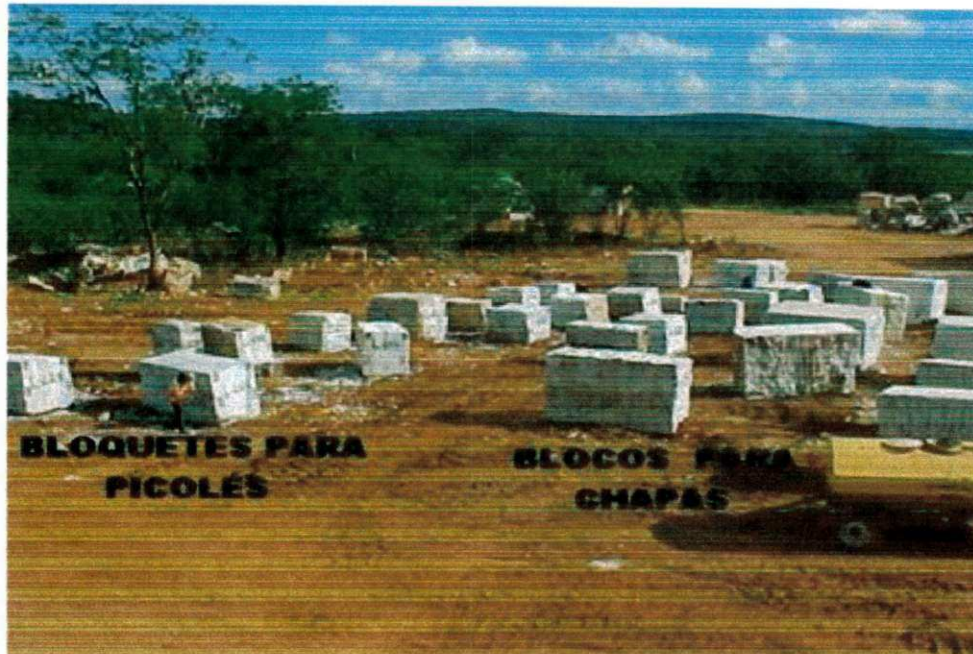


Figura 2.1. Depósito a céu aberto de blocos de granito em uma jazida

(Fonte: [www.granistone.com.br/](http://www.granistone.com.br/))

A lama do beneficiamento do granito é em geral descartada em córregos, ravinas, lagos e rios, havendo a formação de grandes depósitos a céu aberto. A lama da serragem enquanto fluída afoga plantas e animais e deprecia o solo, quando seca, sua poeira inspirada é danosa à saúde de homens e animais. Sendo comprovada a poluição de cursos d'água e mananciais por parte dos resíduos da indústria do granito. (MENEZES et al., 2002).

O resíduo de granito vem sendo pesquisado como uma possível matéria-prima usada em massas na fabricação de produtos cerâmicos, pois este é constituído de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{CaO}$ . Os altos teores de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obtidos são típicos de rochas ígneas graníticas. As presenças de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{CaO}$  estão provavelmente relacionadas aos constituintes do próprio resíduo, assim como a adição de gralha e hidróxido de cálcio como lubrificante e abrasivo no processo de corte/serragem do granito. Os óxidos alcalinos ( $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ ), que atuam como agentes fundentes são provenientes principalmente da mica moscovita e feldspatos. A perda ao fogo é baixa e dentro da faixa para rochas graníticas

(PEREIRA, 2006).

## **2.2 Matérias-primas da cerâmica tradicional**

Os materiais cerâmicos são conhecidos desde os tempos mais remotos. Eles têm seu nome derivado da palavra grega “keramus”, que significa barro queimado, pois os utensílios feitos desse material, como panelas e vasilhames de água, eram obtidos a partir da argila moldada e submetida à queima. Atualmente, este termo se refere também a todo material inorgânico não metálico obtido após tratamento térmico a altas temperaturas, por exemplo: pisos, louças para banheiro, vidros, fibras óticas, utensílios culinários, combustível nuclear, implantes ósseos e dentários, entre outros. Esta classe de materiais apresenta propriedades específicas como alta estabilidade química, resistência à corrosão e ao calor, entre outras (PEREIRA, 2006).

A cerâmica tradicional engloba a maior parte da produção cerâmica, pois utiliza matérias-primas de baixo custo e abundantes na natureza, como argilas, feldspatos, calcários e outros minerais cristalinos inorgânicos não metálicos. Envolve os processos de fabricação de cerâmica estrutural, tais como: tijolos, telhas e blocos; revestimentos, como pisos e azulejos; cerâmica branca, como louça sanitária, de mesa ou artística, entre outros (CRQ, 2007).

O crescente desenvolvimento dos materiais cerâmicos nas últimas décadas fez com que o conhecimento científico e tecnológico se tornasse cada vez mais necessário na área. A competitividade entre as indústrias cerâmicas exige que estas busquem minimizar seus custos de produção, através de pesquisas com materiais alternativos, sem que venham prejudicar seus padrões de qualidade e que atendam as normas vigentes.

Produtos da cerâmica tradicional, tais como, tijolos, telhas e revestimentos geralmente apresentam heterogeneidade devido à composição das argilas utilizadas como matérias-primas na sua fabricação. Portanto, existe uma maior tolerância para a incorporação de grande quantidade de resíduos como matéria-prima alternativa nas massas utilizadas para a produção destes materiais.

O termo argila é empregado para designar um material inorgânico natural, de granulometria fina, com partículas de poucos micrômetros, que apresenta comportamento



plástico quando adicionada uma determinada quantidade de água. Do ponto de vista sedimentológico e granulométrico, a fração argila corresponde ao conjunto de partículas inferiores a 2  $\mu\text{m}$  ou 4  $\mu\text{m}$ , segundo as escalas de Atterberg e Wentworth, respectivamente (MOTTA et al., 2004).

A argila é uma matéria-prima utilizada na fabricação de uma série de produtos cerâmicos. As razões para isto são: a) apresenta plasticidade; b) apresenta resistência mecânica após queima adequada para uma série de aplicações; c) possibilita a aplicação de técnicas de processamento simples; e d) é disponível em grandes quantidades (VIEIRA et al., 2000).

O valor da argila como matéria-prima para a produção de vários produtos cerâmicos baseia-se em sua plasticidade no estado úmido, dureza ao secar e rigidez ao ser queimada. As argilas nunca são encontradas puras, mas sim, misturadas com outras substâncias que determinam suas características. As argilas assim constituídas podem ser denominadas de argilas industriais. (MINEROPAR, 2007)

Normalmente, é possível fabricar produtos cerâmicos com vários tipos de argilas, situadas praticamente em qualquer lugar do mundo e que permitam utilizar diversas técnicas de processamento. Entretanto, é de se esperar produtos com propriedades bem diversificadas. Cabe ressaltar que cada região produtora deve se adequar às suas condições sociais, econômicas e tecnológicas e definir o que se quer produzir e para que (VIEIRA et al., 2000).

Feldspato é o grupo mineral mais abundante, constituído por silicato de alumínio que contém proporções variadas de potássio, sódio, cálcio e ocasionalmente bário. São encontrados em rochas ígneas, metamórficas e sedimentares, sendo que pegmatito granítico é uma das principais fontes. Sua função no corpo cerâmico é a de promover a fusão a uma temperatura mais baixa e, para o vidro é a fonte principal de alumínio, além da função de fundente (L.KUMMER et al., 2007).

As indústrias de cerâmica tradicional podem ter um papel relevante como receptoras de resíduos sólidos visando sua disposição final. Esta incorporação, feita de maneira criteriosa, permite dar um destino ambientalmente correto para resíduos que, de outra forma, seriam fontes de poluição (VIEIRA et al., 2006).

### **2.3 - Trabalhos envolvendo resíduo do granito em Massas Cerâmicas**

Devido a grande quantidade de resíduos sólidos gerados na atualidade diversos estudos vêm sendo realizados objetivando adicioná-los, onde principalmente os resíduos provenientes de indústrias de mineração, em massas cerâmicas que serão utilizadas para a obtenção de produtos destinados a construção civil.

O reaproveitamento de resíduos através da adição em processos produtivos, especialmente em materiais cerâmicos, tem sido abordado por diversos autores (inframencionados). Os resultados mostram que a heterogeneidade dos produtos cerâmicos tradicionais permite a incorporação de uma quantidade razoável desses resíduos sem prejuízo das propriedades dos produtos finais, mesmo quando as quantidades adicionadas são pequenas, a grande quantidade de produtos cerâmicos fabricados traduz-se num consumo significativo de resíduos.

A incorporação de resíduo de granito à cerâmica é, em princípio, vantajosa para o setor da cerâmica tradicional, pois o granito tem a composição muito semelhante a um dos componentes (fundentes) das massas que são utilizadas para a obtenção destes produtos cerâmicos, sendo uma alternativa à reciclagem tradicional. A destinação adequada desse resíduo objetivando seu aproveitamento como adições em composições cerâmicas deve ser vista não só do ponto de vista econômico e técnico, mas, sobretudo, como alternativa de minimização de impactos ambientais (HORLE et al., 2004).

Segundo Moreira (2003) para suprir as necessidades do mundo moderno, é necessário um aumento da produção que paulatinamente contribui para o aumento de resíduos, que nem sempre têm um destino ecologicamente correto. Como não é possível parar a produção, uma das grandes preocupações da atualidade, consiste em reaproveitar os resíduos gerados nos diversos processos produtivos. Esses pesquisadores estudaram a utilização de um resíduo de serragem de granito, proveniente da indústria de pedras ornamentais do estado do Espírito Santo, como aditivo na fabricação de produtos cerâmicos para construção civil. Os resultados desse trabalho demonstraram a possibilidade de reciclagem de resíduo de serragem de granito, gerado por empresas de beneficiamento de Cachoeira do Itapemirim-ES, como matéria-prima alternativa para fabricação de produtos de cerâmica vermelha (tijolos, blocos cerâmicos e telhas) para construção civil.

Santana et al.(2006) afirmam que: a reciclagem de resíduos industriais tem sido bastante estudada nos últimos anos, com o objetivo de diminuir os custos em vários processos de fabricação, como também o impacto ambiental. Eles estudaram a incorporação de resíduos da serragem de granito em massas empregadas na fabricação de revestimentos cerâmicos, realizando ensaios de caracterização química e mineralógica, como também caracterização tecnológica. Através deste estudo observaram que o resíduo de granito apresenta composição química, composição mineralógica e granulometria adequadas para uso em composições de massa cerâmicas; verificaram que o resíduo possuía porcentagens consideráveis de sílica, alumina e uma porcentagem razoável do óxido de ferro; a mica, o quartzo e o feldspato são os principais constituintes do resíduo e este apresentaram 50% em peso das partículas com diâmetro médio equivalente abaixo de 26,05 µm. Os corpos cerâmicos obtidos com as massas alternativas apresentaram propriedades adequadas para serem utilizadas como revestimentos cerâmicos.

Segundo Xavier et al.(2006), existe grande potencial de utilização do resíduo de granito introduzidos na massa cerâmica para fabricação de tijolos, blocos cerâmicos estruturais e outros produtos cerâmicos, principalmente quando avaliado sob condições de desgaste.

Vieira et al.(2004), estudaram o efeito da incorporação do resíduo de granito em massas da cerâmica vermelha. Eles adicionaram até 40% do resíduo de granito na massa cerâmica. Concluíram que o resíduo pode melhorar o processo de extrusão, otimizando a plasticidade; facilita o processo de secagem através de redução de água de trabalhabilidade, assim como diminui a porosidade aberta. Estes mesmos autores (VIEIRA et al., 2003), também estudaram, a influência da adição de resíduo de granito, em massa cerâmica para telhas do município de Campos dos Goytacazes-RJ, objetivando uma melhoria de suas propriedades tecnológicas. Eles mostraram que a adição de granito à massa cerâmica vermelha contribuiu para a diminuição da plasticidade, aumento da densidade a seco, redução na retração linear de secagem e queima. Em relação a queima o resíduo de granito possibilitou também uma redução nos valores de absorção de água, retração linear e defeitos nas peças cerâmicas.

Menezes et al.(2005), caracterizaram e avaliaram a possibilidade do uso de resíduo de granito, gerados pelas indústrias do Estado da Paraíba, como matéria-prima cerâmica

alternativa na produção de telhas e tijolos. Eles concluíram que os resíduos apresentaram características típicas de matérias-primas utilizadas na cerâmica tradicional e que estes podem ser incorporados em até 35% em massas utilizadas na fabricação dos produtos citados acima.

Menezes et al.(2002), estudaram a utilização dos rejeitos da serragem de granitos gerados pelas indústrias de beneficiamento da Região Nordeste como matéria-prima cerâmica alternativa na produção de blocos e revestimentos cerâmicos. Com base nos resultados chegaram às seguintes conclusões: os resíduos apresentaram massas específicas reais, distribuições granulométricas e áreas específicas semelhantes às das matérias-primas cerâmicas convencionais, situando-se entre os valores das matérias-primas plásticas e não plásticas; os resíduos analisados são constituídos essencialmente por quartzo, feldspato, calcita e mica, sendo um deles composto basicamente por quartzo e caulinita; que a adição de resíduo às massas cerâmicas para blocos provoca uma elevação na absorção de água e uma redução na resistência à compressão simples dos blocos cerâmicos, e que blocos com teores de até 50% de resíduos apresentam características cerâmicas dentro das especificações da normalização; as massas com adições de resíduo podem ser usadas na confecção de revestimentos cerâmicos.

Acchar et al. (2006), estudaram o efeito dos resíduos de mármore e granito em materiais confeccionados com argila. Os resultados obtidos neste trabalho mostraram que até 50% em peso pode ser incorporado nos produtos de argila sem comprometer as propriedades mecânicas dos mesmos. As presenças desses resíduos permitiram obter peças com melhores propriedades do que as obtidas com o material convencional.

Moreira et al.(2004) concluíram que o resíduo de granito é um material não plástico rico em  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e agentes fundentes ( $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Na}_2\text{O}$ ). Do ponto de vista mineralógico é constituído basicamente por quartzo, feldspatos, mica e calcita. Os corpos cerâmicos (preparadas com três massas cerâmicas contendo adições de até 10% em peso de resíduo de serragem de granito) por eles analisados tiveram uma série de transformações de fases durante o processo de sinterização, resultando na formação de novas fases cristalina e vítrea. As propriedades físico-mecânicas foram afetadas, tanto pela temperatura de sinterização como pelo resíduo adicionado. O efeito da temperatura foi mais acentuado, principalmente acima de 950 °C. No entanto, a resistência mecânica dos corpos cerâmicos

foram fortemente afetadas pela incorporação do resíduo. Assim, segundo o mesmo autor, devem-se evitar quantidades excessivas de resíduo de granito na fabricação de cerâmica vermelha.

Souto et al.(2001), estudaram o aproveitamento de resíduos industriais provenientes da serragem de granito, dos municípios de Fortaleza-CE, Recife-PE e Campina Grande-PB, para utilização na fabricação de tijolos e telhas cerâmicas. As amostras de resíduos apresentaram características adequadas para o uso como matéria-prima cerâmica, e após queima nas temperaturas de 800, 900 e 1000°C, apresentaram potencial de utilização para produção de peças da cerâmica vermelha, de tijolos furados e telhas.

Torres et al.(2004), investigaram a incorporação dos desperdícios da lama de granito, obtido de uma industria, na formulação de telhas. As amostras obtidas a partir de diferentes formulações foram caracterizadas durante todo processo de produção. Os resultados experimentais mostraram que a incorporação apropriada da lama do granito pode resultar em telhas de porcelana com propriedades superiores, apresentando valores de absorção de água em torno de 0,07% e de resistência a flexão maiores que 50 MPa. A incorporação da lama teve pequeno efeito na plasticidade, densidade e na retração linear.

Segadães et al.(2005), afirmam que a incorporação de resíduos industriais provenientes do corte de mármore e granito vem se tornando muito comum nas fabricas de tijolos e telhas. Estes realizaram uma pesquisa com a adição de até 30% em peso destes resíduos em massas argilosas que foram sinterizadas entre 1100-1150°C. Os resultados obtidos mostraram que os índices elevados (30% em peso) podem ser adicionados a uma massa industrial de argila, com possibilidades de diminuir a temperatura de queima.

Silva et al. (2006), estudaram a incorporação de resíduos de granito em massas empregadas na fabricação de revestimentos cerâmicos. Os resultados preliminares mostraram que o resíduo pode ser adicionado às massas, pois estes apresentam composição química (sílica, alumina e uma porcentagem razoável do óxido de ferro) e mineralógica (mica e o quartzo), assim como, granulometria (diâmetro médio abaixo de 26,05 µm) adequados para uso nestas massas. Os corpos cerâmicos obtidos com as massas alternativas apresentaram propriedades físico-mecânicas dentro dos valores estabelecidos pelas normas para serem utilizados como revestimentos cerâmicos.

Xavier et al. (2006), caracterizaram uma massa argilosa de uma Indústria Cerâmica da região de Campos dos Goytacazes-RJ com a adição do resíduo de granito proveniente da região de Cachoeiro de Itapemirim-ES, estes concluíram que: o resíduo de granito é fino e uniforme, adequado ao uso de massas cerâmicas. Segundo a análise térmica diferencial, o resíduo apresenta-se estável nas temperaturas propostas (500, 700 e 900°C); mostraram também que as amostras com 5% de resíduo de granito na massa cerâmica indicam maior influência à estabilidade quanto à degradação.

Ribeiro et al.(2007), analisaram o comportamento da absorção de água e retração de queima de massas cerâmicas contendo resíduo de granito através da metodologia de planejamento experimental. Com base nos resultados, concluíram que o resíduo é constituído por quartzo, mica, calcita e feldspato, com composição química apresentando elevado teor de fundentes. Concluíram também que a metodologia de planejamento experimental associada à superfície de resposta é uma ferramenta que permite analisar e compreender o comportamento e evolução da absorção de água e retração de queima das composições contendo resíduo de caulim frente à temperatura de queima. O que possibilita o desenvolvimento de composições com a maximização do teor de resíduo da serragem de granito sem, no entanto, a degradação das propriedades físicas do produto final.

Lisboa et al. (2007), estudaram formulações, constituídas por mistura de argila, resíduos de granito e caulim, para uso em revestimentos cerâmicos utilizando planejamento experimental. Com os resultados obtidos concluíram que o delineamento de mistura mostrou-se adequado para a obtenção de modelos matemáticos, estatisticamente significativos, que relacionam a absorção de água e o módulo de ruptura com as proporções das matérias-primas utilizadas e que é possível maximizar a quantidade de resíduo nas formulações de cerâmicas utilizando a técnica de delineamento de misturas.

Xavier et al.(2007, estudaram peças cerâmicas obtidas com massas nas quais foram incorporados resíduo de granito (5% e 10%) oriundo da região de Cachoeiro de Itapemirim-ES a uma argila proveniente da região de Campos dos Goytacazes-RJ Os resultados dos índices de consistência mostraram melhor entrosamento entre os grãos com menor umidade (massa com resíduo) em comparação com a massa argilosa sem resíduo. Os resultados mostraram que os valores de absorção de água foram maiores para as massas sem o resíduo

e que o processo de degradação teve maior influência na peça cerâmica sem adição de resíduo, mostrando que essas adições melhoram as propriedades das peças cerâmicas.

#### **2.4 - Usos do delineamento de misturas**

O estudo de misturas de diferentes componentes tem por objetivo encontrar um produto composto cujas características sejam superiores às características individuais de cada um dos componentes isoladamente. (SILVA et al., 2007)

A mistura de matérias-primas é de fundamental importância para os diversos setores tecnológicos. O uso do planejamento experimental para o estudo de misturas tem encontrado larga aplicação na ciência e na engenharia (HIEMENZ, 1996 e DERJAGUIN, 1941). A partir de um delineamento de misturas, pode-se verificar como as propriedades de interesse são afetadas pela variação das proporções dos componentes da mistura, possibilitando a previsão quantitativa das propriedades de qualquer formulação no sistema estudado, realizando somente alguns experimentos (VERWEY et al., 1948 e SIGMUND et al., 2000). A aplicação da modelagem de misturas, metodologia de superfícies de resposta e otimização matemática e gráfica conduz à definição de composições (misturas das mesmas matérias-primas) mais adequadas que atendem às propriedades especificadas para uma determinada aplicação.

O planejamento experimental para estudo de misturas tem encontrado larga aplicação na ciência, na engenharia e particularmente na indústria. A partir de um delineamento de misturas, a resposta ou propriedade muda somente quando são feitas alterações nas proporções dos componentes que fazem parte dessa mistura. Portanto, a finalidade principal de se utilizar essa metodologia é verificar como as respostas ou propriedades de interesse são afetadas pela variação das proporções dos componentes da mistura. Nesse caso, as proporções dos componentes não são independentes, pois a soma de todas elas sempre tem que totalizar 100% (YANG et al, 1997 e ZAUBERAS et al., 2007).

Usando planejamentos experimentais baseados em princípios estatísticos os pesquisadores podem extrair do sistema em estudo o máximo de informação útil, fazendo um número mínimo de experimentos. A falta de planejamento muitas vezes é a causa do

insucesso de uma investigação, e, no entanto raros são os pesquisadores que pensam em estatística antes de realizar seus experimentos.

A técnica, se corretamente utilizada, fornece como respostas equações que descrevem a variação das propriedades de interesse em função dos teores das matérias-primas nas formulações, permitindo que sejam estimadas as propriedades de interesse de formulações não-ensaiadas. A utilização da técnica requer, inicialmente, a definição do intervalo de variação dos teores das matérias-primas nas formulações e do grau das equações que descreverão as variações das propriedades.

No desenvolvimento e fabricação de revestimentos cerâmicos, propriedades tecnológicas são determinadas basicamente pela combinação de matérias-primas e condições de processamento. Quando os parâmetros de processo são mantidos constantes, a técnica de delineamento de misturas pode ser usada para modelar essas propriedades em corpos cerâmicos.

#### **2.4.1 - Metodologia de superfícies de resposta**

A metodologia de superfícies de resposta (RSM) é uma técnica de otimização baseada no emprego de planejamentos fatoriais, introduzida por G.E.P. Box na década de 1950, e que desde então tem sido usada com grande sucesso na modelagem de diversos processos industriais. Os textos tradicionais que tratam da RSM normalmente são dirigidos a um público com escassos conhecimentos de estatística e por isso mesmo são bastante prolixos, reconhecendo a técnicas e procedimentos muitos específicos, que na verdade são casos particulares de procedimentos mais gerais.

A RSM e experiências com misturas (MYRES, 2002 e CORNELL, 2002) são um conjunto de técnicas estatísticas e matemáticas com importantes aplicações não só na criação, desenvolvimento e formulação de novos produtos, como também na otimização e melhoramento de produtos já existentes (JUMAA et al., 1998 e CORREIA et al., 2004).

A propriedade (resposta) que se pretende estudar é a função de um conjunto de variáveis independentes. A forma matemática da função é desconhecida e pode ser bastante complexa. O objetivo desta metodologia é encontrar uma função aproximada simples



(modelo) que seja aceitável quando comparada com a realidade. A função aproximada normalmente é um polinômio de grau baixo (linear, quadrático, cúbico ou cúbico especial), que caracteriza adequadamente a propriedade em uma pequena região do espaço definido pelas variáveis independentes. Para um modelo ser adequado, os erros cometidos devem ser mínimos. Estes erros incluem todos os efeitos não contabilizados, como erros de medida, ruídos, efeito de outras variáveis não consideradas, etc.. Do ponto de vista estatístico, os erros (resíduos) deverão ter uma atribuição normal (i.e. aleatória) com média zero e variância constante. A adequação do modelo a resposta verdadeira exige, portanto, a avaliação correta dos resíduos: a representação da probabilidade normal em função dos resíduos deve ser aproximadamente linear, e a representação da função resíduos em função da resposta prevista, deve ser aleatória e razoavelmente simétrica (MYRES, 2002; CORNELL, 2002 e CORREIA et al., 2004).

O planejamento de experimentos com misturas e o uso da metodologia de superfícies de respostas possibilitam o cálculo de modelos de regressão que descrevem, em função das proporções das matérias-primas e para as mesmas condições de processamento, as várias propriedades de corpos cerâmicos a seco (resistência mecânica e densidade aparente) e após queima (resistência mecânica, densidade aparente, coeficiente de dilatação térmica linear, retração linear e absorção de água). Esta técnica pode ser usada para selecionar as melhores combinações das três matérias-primas para produzir um corpo cerâmico com propriedades específicas (CORREIA et al., 2004).

Com os resultados obtidos no delineamento de misturas, podem-se utilizar polinômios simplificados, que definem uma superfície de resposta, para relacionar a propriedade de interesse às diversas proporções utilizadas. Isso possibilita a previsão quantitativa das propriedades de qualquer formulação no sistema estudado, fazendo somente alguns experimentos (SCHABBACH et al., 2003).

### **3. METODOLOGIA**

Neste capítulo temos por finalidade a apresentação dos materiais e métodos utilizados no desenvolvimento da pesquisa. Os materiais serão identificados de acordo com as suas procedências e condições físicas. Os métodos de ensaios constantes de normas serão apenas citados, enquanto que os métodos não constantes da normalização serão descritos detalhadamente.

#### **3.1 Materiais**

Os materiais utilizados nesta pesquisa foram:

- Argila Plástica, fornecida pela Indústria ARMIL Minérios, localizada no Distrito Industrial de Campina Grande — PB;
- Resíduo de granito, resultantes do beneficiamento de blocos de granito da Empresa POLIGRAN S/A – Polimento de Granitos do Brasil, Alça Sudoeste, Rodovia Alça Sudoeste, Quadra 18 km;
- Quartzo, proveniente do Morro do Careca, município de Parelhas — RN, fornecido pela Indústria ARMIL Minérios, localizada na Cidade de Parelhas — RN.

#### **3.2 Métodos**

A metodologia utilizada para o desenvolvimento deste trabalho foi a seguinte:

##### **3.2.1 Beneficiamento**

As matérias-primas foram secas em estufa a uma temperatura de 110°C por 24h, desagregadas com auxílio de um almofariz e passadas em peneira ABNT nº 200 (0,074mm). A seguir foram acondicionadas em sacos plásticos para posteriores caracterizações.

### 3.2.2 Caracterização Física e Mineralógica

#### Análise Química e Granulométrica

A composição química da massa cerâmica foi determinada em ensaio semi-quantitativo, por fluorescência de raios-X (FRX) e o ensaio da distribuição de tamanhos de partículas – via laser. Estas caracterizações foram realizadas com os equipamentos SHIMADZU - EDX 720 e CILAS Mod. 1064, respectivamente, no Laboratório de Caracterização de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande.

#### Análises Térmicas

A caracterização térmica foi realizada através de análise térmica diferencial (ATD) em um equipamento de análise térmica da BP Engenharia, modelo RB 3000, operando com taxa de aquecimento de 12,5° C/min e utilizando como padrão o óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) calcinado. Esta caracterização foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais, na Universidade Federal de Campina Grande.

#### Difração de Raio X

A caracterização microestrutural foi realizada por difração de raios X, visando determinar as fases cristalinas presentes nas amostras. A difração de raio X foi realizada em um difratômetro XRD-6000 da Shimadzu pertencente ao Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande-UFCG. O ângulo de varredura foi de 5 a 40° a uma velocidade de 0,02°/s.

### 3.2.3 Delineamento das Composições

As composições ternárias foram determinadas por meio do planejamento experimental utilizando modelagem de misturas em rede simplex {3,2} (BARROS NETO et al., 1996). Foram ajustados modelos matemáticos denominados de linear, quadrático e cúbico. A significância estatística de cada modelo matemático ou forma polinomial foi avaliada através da análise de variância que também foi utilizada para a escolha do modelo

que melhor se ajuste aos dados experimentais. Os ajustes aos modelos matemáticos (linear, quadrático e cúbico) foram obtidos usando o pacote computacional STATISTICA 6.0.

As composições das misturas que foram estudadas são representadas geometricamente no triângulo na Figura 3.1 (a - b).

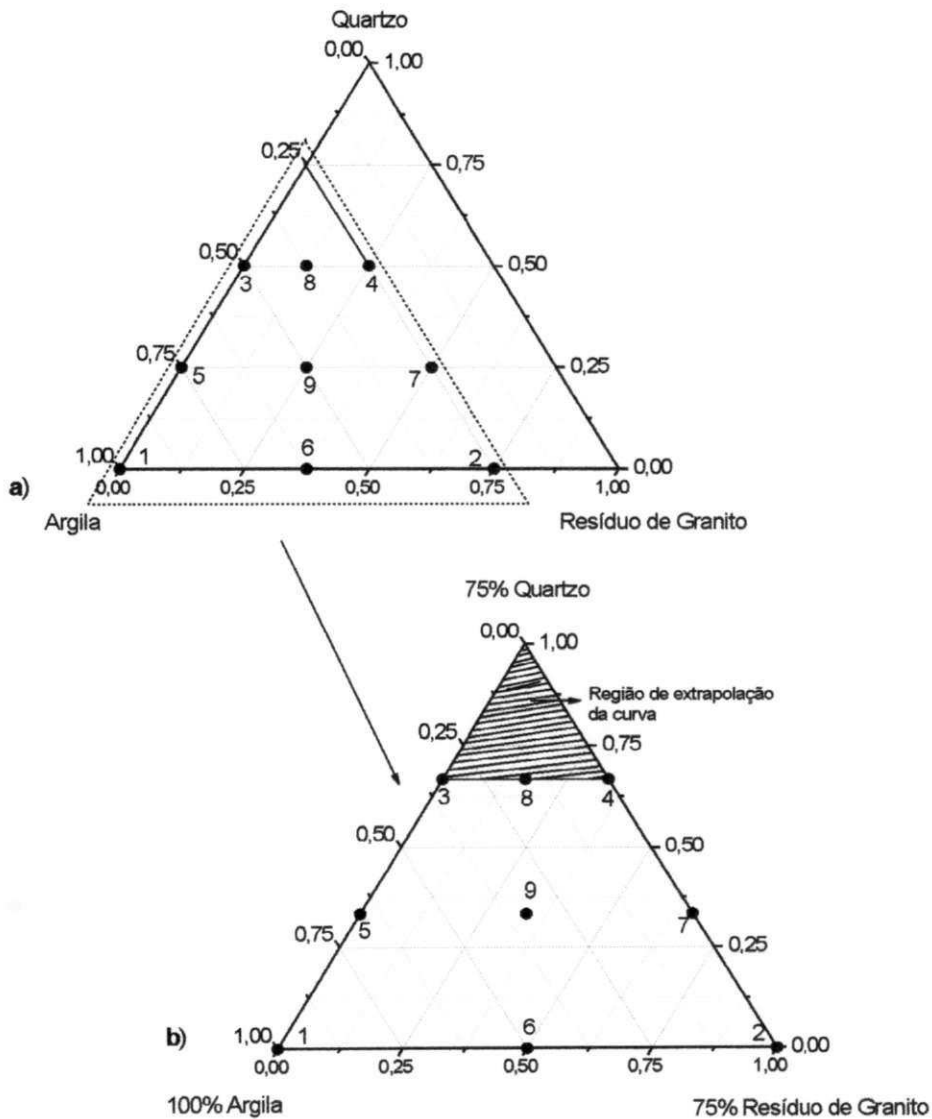


Figura 3.1 – (a) Esquema das formulações no diagrama ternário, (b) a região do diagrama onde obteve-se as superfícies de resposta.

A Tabela 3.1 apresenta as composições de misturas ternárias obtidas por meio do planejamento experimental em rede simplex {3,2}.

Tabela 3.1 – Composições obtidas através do planejamento em rede simplex {3,2} para as formulações estudadas.

Formulações	Proporção (%)		
	Argila	Res. Granito	Quartzo
1	100,0	0,0	0,0
2	25,0	75,0	0,0
3	50,0	0,0	50,0
4	25,0	25,0	50,0
5	75,0	0,0	25,0
6	62,5	37,5	0,0
7	25,0	50,0	25,0
8	37,5	12,5	50,0
9	50,0	25,0	25,0

Foram utilizados para o ajuste dos valores de resposta da absorção de água (AA), do módulo de ruptura à flexão (MR), os modelos linear (3.1), quadrático (3.2) e cúbico especial (3.3) em termos dos componentes A, G e Q;

$$Y(A,G,Q) = b_1A + b_2G + b_3Q \quad (3.1)$$

$$Y(A,G,Q) = b_1A + b_2G + b_3Q + b_4AG + b_5AQ + b_6GQ \quad (3.2)$$

$$Y(A,G,Q) = b_1A + b_2G + b_3Q + b_4AG + b_5AQ + b_6GQ + b_7AGQ \quad (3.3)$$

Onde: Y é a estimativa da resposta (AA ou MR);  $b_x$  os coeficientes da equação; A, G e Q as proporções das matérias-primas presentes nas formulações, argila, resíduo de granito e quartzo, respectivamente.

### 3.2.4 Processos de Conformação dos Corpos de Prova

Após a etapa de mistura, a massa cerâmica (com 7% de umidade) foi submetida ao processo de prensagem uniaxial, utilizando uma pressão de 20 MPa, obtendo-se corpos de prova com as seguintes dimensões 6,0 x 2,0 x 0,5 (cm<sup>3</sup>). A prensa utilizada foi de laboratório, modelo Losenhausen.

### 3.2.5 Etapa de Secagem

As placas cerâmicas foram secas em estufa de laboratório a 110°C durante 24 horas.

### 3.2.6 Etapa de Queima

Após a secagem as placas cerâmicas foram queimados nas temperaturas 1000°C, 1100°C e 1150°C em forno elétrico de laboratório, com taxa de aquecimento de 36 °C/min e patamar de 15min para que se obtivesse as condições de queima da indústria.

### 3.2.7 Propriedades Físico-mecânicas

Os corpos de prova secos foram submetidos aos seguintes ensaios: retração linear (RL), tensão de ruptura à flexão (TRF), absorção de água (AA), massa específica aparente (MEA) e porosidade aparente (PA). Os valores obtidos resultam da média aritmética de cinco corpos de prova. As características físicas das amostras, como absorção de água e massa específica aparente foram determinadas segundo a Norma ABNT/NBR 13818 (ABNT, 1997). A retração linear foi determinada através da medição direta dos corpos de prova. O módulo de ruptura à flexão foi determinado pelo ensaio de flexão em três pontos, utilizando uma máquina universal de ensaios INSTRON, modelo 5582, operando a uma velocidade de 0,5mm/min. Este ensaio foi realizado no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estrutura Ativa (LAMMEA), do Departamento de Engenharia Mecânica do CCT/UFCG, Campina Grande, PB.

A seguir, serão apresentadas as equações (3.4 a 3.7) que foram utilizadas para determinar as propriedades físico-mecânicas:

$$\begin{array}{l} \text{Densidade aparente} \\ (\text{g/cm}^3) \end{array} \quad \rho = \frac{P_s}{P_u - P_i} \quad (3.4)$$

$$\begin{array}{l} \text{Absorção de água} \\ (\%) \end{array} \quad AA = \frac{P_u - P_s}{P_s} \times 100 \quad (3.5)$$

$$\begin{array}{l} \text{Porosidade Aparente} \\ (\%) \end{array} \quad PA = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \times 100 \quad (3.6)$$

Resistência à flexão  
(Mpa)

$$RF = \frac{3 F \times L}{2b \times h^2} \quad (3.7)$$

Onde:

F = a força de ruptura (Kgf.);

L= a distância entre as barras de apoio (40 mm);

b = a largura do corpo de prova;

Ps = peso da peça seca;

Pu = peso da peça úmida;

Pi = peso da peça imersa na água, e

h = espessura do corpo de prova (mm).

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos dos ensaios de caracterização física e mineralógica das matérias-primas utilizadas na pesquisa, como também os ensaios tecnológicos das massas cerâmicas incorporadas com resíduo de granito e quartzo, visando sua utilização em revestimentos cerâmicos.

Na Tabela 4.1 estão apresentadas as composições químicas da amostra da argila ball clay, do quartzo e do resíduo de granito. A perda ao fogo (PF) representa a perda de água livre intercalada, a perda de água de hidroxilas dos argilominerais, matéria orgânica e carbonatos (SOUZA SANTOS, 1992). Observando os valores da composição química verifica-se que a argila apresenta um elevado teor de  $\text{SiO}_2$  (50,19 %) proveniente dos argilominerais e da sílica livre. O teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (27,53 %) está relacionado com a proporção do mineral argiloso. O óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ) encontrado na argila age como fundente. A percentagem de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (6,29%) atua na coloração avermelhada após a queima e diminui a refratariedade. Pode-se observa que o quartzo apresenta um elevado teor de  $\text{SiO}_2$  (94,85 %) e que o resíduo de granito contém porcentagens consideráveis de sílica, alumina e uma porcentagem razoável do óxido de ferro. A presença de óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) e óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) encontrados no resíduo são oriundos principalmente da cal e da granalha, utilizadas como lubrificante e abrasivo durante o corte dos blocos de granito, respectivamente. Os óxidos de ferro, cálcio, sódio e potássio são agentes fundentes, sendo que, o sódio e o potássio são oriundos do feldspato e da mica do granito.

Tabela 4.1. Composição química das amostras estudadas.

Amostras	Determinações (% em massa)								
	PF	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{CaO}$	$\text{TiO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}_3$	$\text{MgO}$
Ball Clay	9,978	50,19	27,53	6,29	3,27	Traços	Traços	Traços	Traços
Quartzo	0	94,85	2,547	Traços	0,30	Traços	Traços	Traços	Traços
Resíduo granito	3,6	63,48	16,03	5,84	3,89	4,67	Traços	Traços	Traços

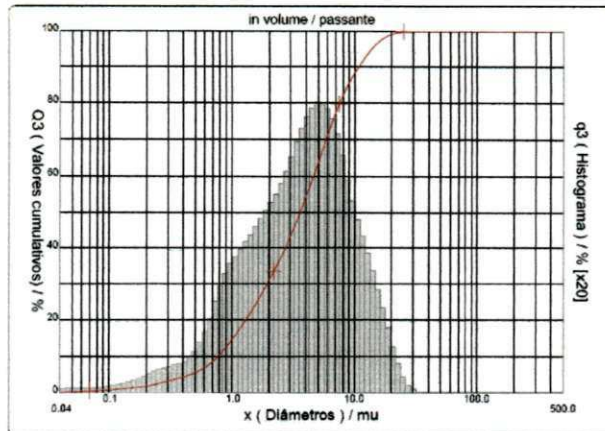
PF = Perda ao Fogo



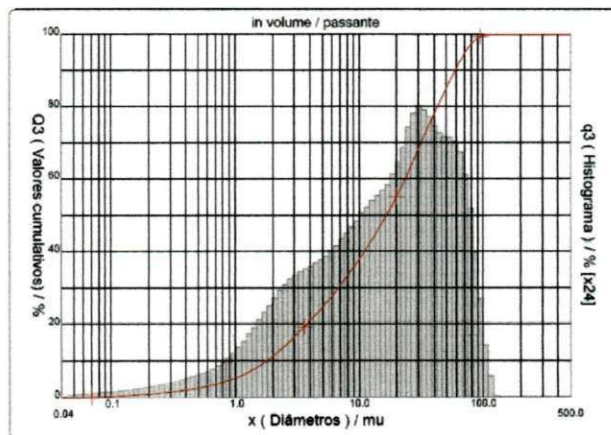
A Tabela 4.2 e Figuras (4.1a – 4.1c) apresentam os resultados da distribuição do tamanho de partículas da argila, resíduo de granito e do quartzo. A argila apresenta diâmetro médio das partículas de 4,80  $\mu\text{m}$  e cerca de 30,81% do volume acumulado com diâmetro abaixo de 2,0  $\mu\text{m}$  que corresponde a fração argila. Verifica-se que o resíduo apresenta um diâmetro médio de 23,92  $\mu\text{m}$ , para 50% e 90 % de massa acumulada apresenta diâmetros de 16,59  $\mu\text{m}$  e de 58,99  $\mu\text{m}$  respectivamente. O quartzo apresentou o maior tamanho médio (27,04  $\mu\text{m}$ ) de partícula e a menor porcentagem de massa acumulada abaixo de 2 $\mu\text{m}$ . Observando-se a Figura 4.1, verifica-se que a argila apresenta uma melhor uniformidade na distribuição granulométrica quando comparada com o resíduo em estudo e o quartzo.

Tabela 4.2. Distribuição do tamanho de partículas das matérias-primas.

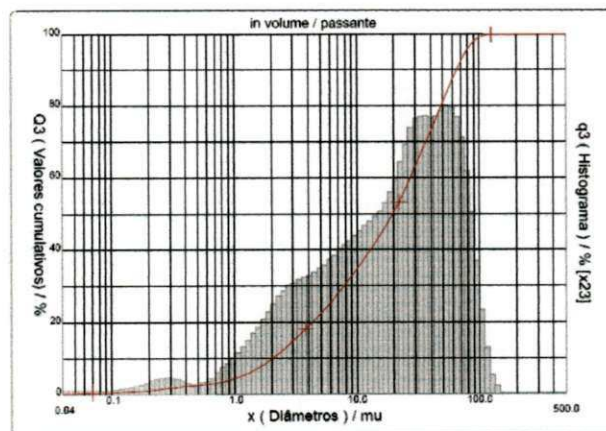
Amostras	Diâmetro médio ( $\mu\text{m}$ )	Diâmetro a 50% ( $\mu\text{m}$ )	Diâmetro a 90% ( $\mu\text{m}$ )	Massa acumulada (%) – diâmetro abaixo de 2 $\mu\text{m}$ .
Ball Clay	4.80	3.59	10.72	30,81
Resíduo de granito	23.92	16.59	58,99	11,19
Quartzo	27.04	19,55	64.84	9,71



(a)



(b)



(c)

Figura 4.1. Distribuição dos tamanhos de partículas: (a) da argila ball clay, (b) resíduo de granito; (c) do quartzo.

Na Figura 4.2 estão apresentadas, simultaneamente, as curvas das análises termodiferenciais (ATD) da argila, resíduo e do quartzo. Através da curva termodiferencial da amostra da argila observa-se as seguintes transformações térmicas: pico endotérmico a aproximadamente 110°C característico da presença de água livre, pico endotérmico a aproximadamente 580 °C correspondente à presença de hidroxilas e à transformação da fase do quartzo- $\alpha$  para o quartzo- $\beta$ ; pico exotérmico à 950°C, correspondente à nucleação de mulita. Analisando a curva de ATD do resíduo de granito verifica-se a presença de um pico endotérmico na temperatura de 110°C referente a presença de água livre; um leve pico endotérmico a 573°C referente a transformação estrutural do quartzo alfa em quartzo beta e um pico endotérmico a 810°C referente a decomposição do carbonato de cálcio. O quartzo apresenta um pico endotérmico a 570°C referente a transformação estrutural do quartzo alfa em quartzo beta.

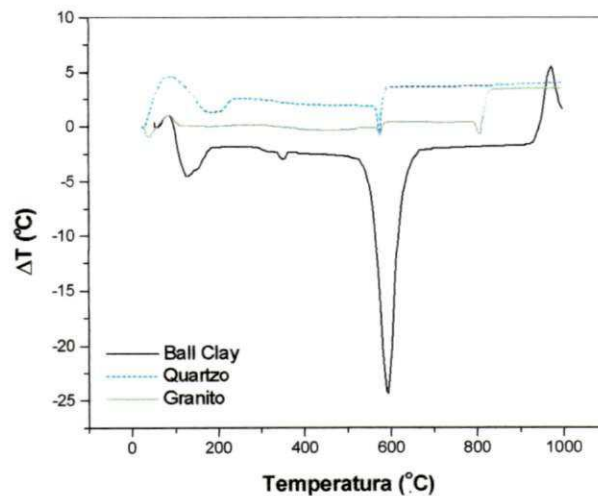


Figura 4.2 - Termograma da argila, resíduo e do quartzo.

Na Figura 4.3 (a-c) estão apresentados os difratogramas das amostras de argila, resíduo e quartzo. Para a ball-clay, o difratograma mostra presença de caulinita caracterizada pelas distâncias interplanares de 7,07 e 3,56 Å e quartzo, caracterizado por 4,22 e 3,32 Å. Através do difratograma do resíduo verifica-se a presença das seguintes fases cristalinas: quartzo (3,35 e 4,24 Å), mica (9,93Å) e feldspato (4,29 e 3,26 Å). Para o

quartzo observa-se picos característicos do mesmo, sendo os mais intensos para 4,22 e 3,32 Å.

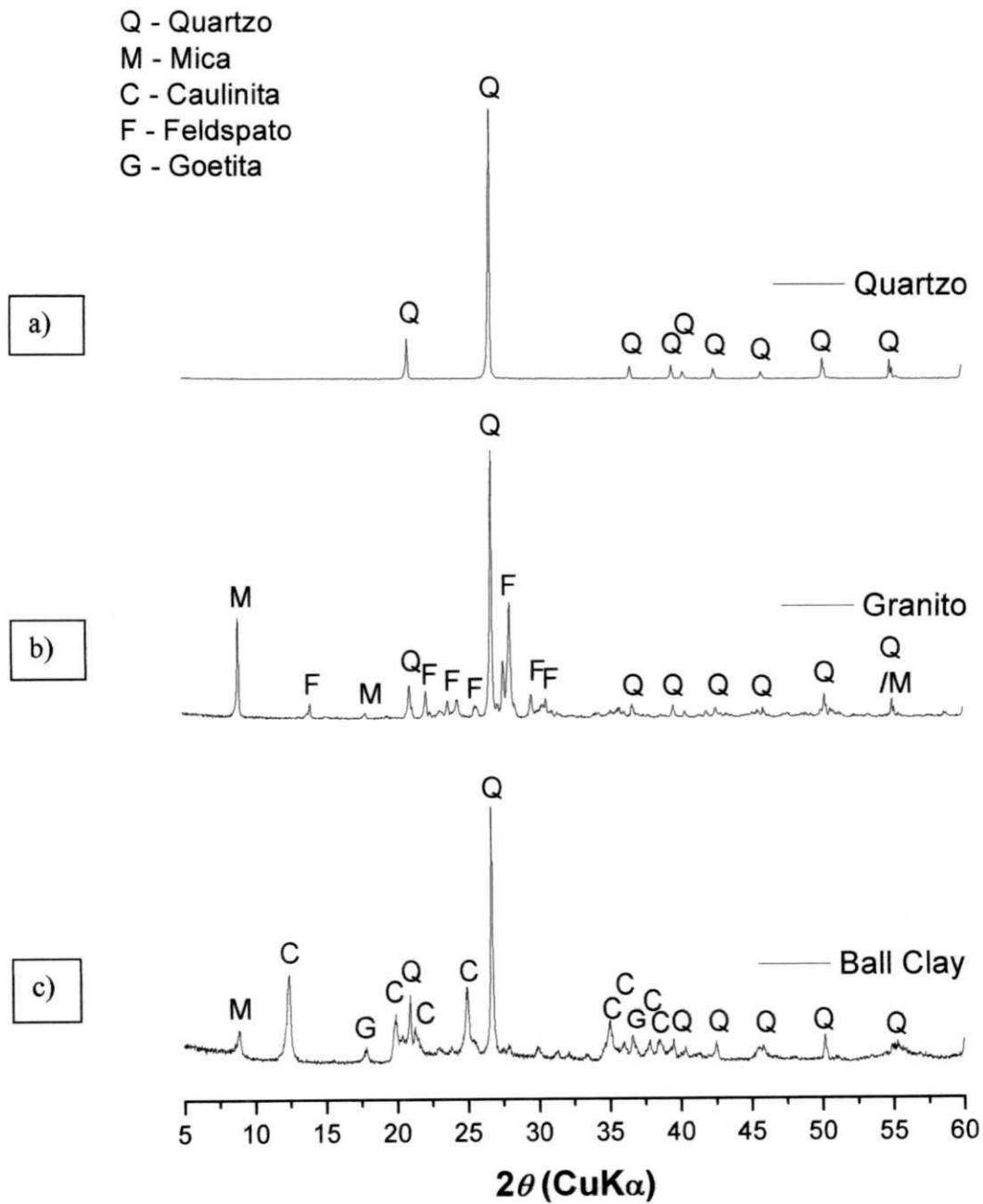


Figura 4.3 – Difratomogramas: a) argila ball Clay; b) resíduo de granito; c) quartzo.

dos componentes na mistura com esses parâmetros, sendo escolhidas as equações estatisticamente significantes em um nível de significância de 5% e preditivas.

Tabela 4.3 – Valores da absorção de água e módulo de ruptura dos corpos de prova obtidos com as massas contendo resíduo.

Formulações	Temperatura 1000°C		Temperatura 1100°C		Temperatura 1150°C		
	AA (%)	MR (MPa)	AA (%)	MR (MPa)	AA (%)	MR (MPa)	
Replicata 1	1	15,96	19,19	12,32	39,40	0,67	50,54
	2	26,53	6,60	11,68	21,29	6,58	43,23
	3	11,83	5,28	8,17	8,52	7,09	11,35
	4	16,12	8,93	15,27	14,66	7,39	20,65
	5	8,73	13,55	7,14	31,77	3,93	28,37
	6	11,96	18,68	4,16	36,43	4,42	38,51
	7	15,47	5,38	10,41	17,52	2,09	28,11
	8	11,34	5,93	7,24	12,48	2,89	19,67
	9	22,87	10,38	7,62	30,19	3,00	39,99
Replicata 2	1	15,52	18,80	11,67	40,19	0,34	55,93
	2	24,47	6,66	12,35	21,79	6,05	37,65
	3	11,90	6,09	9,94	7,99	7,09	9,69
	4	16,93	7,69	13,90	14,95	8,00	20,34
	5	8,79	15,37	7,64	27,38	2,77	31,60
	6	8,30	17,50	5,00	35,00	5,81	39,40
	7	15,68	5,18	11,18	15,37	1,79	27,96
	8	11,26	6,17	6,82	11,97	3,34	16,58
	9	22,48	10,54	8,11	29,25	2,77	39,17
Replicata 3	1	15,17	20,00	12,30	39,59	0,67	52,37
	2	23,99	6,58	9,47	22,71	6,25	39,61
	3	11,68	5,78	10,03	8,43	6,49	9,91
	4	16,14	9,00	14,88	15,19	7,83	19,60
	5	8,28	16,15	7,68	30,32	3,59	28,76
	6	9,70	16,50	6,00	37,00	4,38	38,34
	7	15,20	5,71	10,59	16,47	2,50	27,28
	8	10,49	5,85	7,44	12,77	3,31	16,32
	9	22,29	10,68	7,94	30,89	2,98	39,33

As equações 4.1 a 4.6 apresentam os modelos matemáticos obtidos, em termos dos componentes originais, correlacionando os valores de AA e MR com as proporções dos componentes. Os termos A, G e Q representam os teores de argila, resíduo de granito e quartzo.

As equações 4.1 a 4.6 apresentam os modelos matemáticos obtidos, em termos dos componentes originais, correlacionando os valores de AA e MR com as proporções dos componentes. Os termos A, G e Q representam os teores de argila, resíduo de granito e quartzo.

$$AA_{1000}^{\circ C} = 15,32A + 44,55G + 25,99Q - 67,22AG - 211,59GQ + 702,24AGQ \quad (4.1)$$

$$MR_{1000}^{\circ C} = 20,32A + 26,61AG - 25,22AQ \quad (4.2)$$

$$AA_{1100}^{\circ C} = 12,15A + 21,80G + 26,06Q - 45,02AG - 42,79AQ \quad (4.3)$$

$$MR_{1100}^{\circ C} = 40,26A - 31,55Q + 49,95AG + 82,21GQ \quad (4.4)$$

$$AA_{1150}^{\circ C} = 4,43G + 19,23Q - 140,65AGQ \quad (4.5)$$

$$MR_{1150}^{\circ C} = 53,41A + 48,05G - 52,98AG - 61,81AQ - 174,27GQ + 802,45AGQ \quad (4.6)$$

Na Tabela 4.4 estão apresentados os parâmetros estatísticos principais dessas equações (foi usada a nomenclatura estatística usual: teste F, valor p e coeficiente de múltipla determinação,  $R^2$ ). Pode-se observar que o modelo variou de acordo com a temperatura de queima e com a propriedade analisada.

Tabela 4.4 – Estatísticas relevantes da análise de variância das variáveis de absorção de água (AA) e módulo de ruptura (MR)

Propriedade	Temperatura	Modelo	Teste F	Valor p <sup>a</sup>	R <sup>2</sup>
AA	1000°C	Cúbico Especial	32,43	0,000014	0,7977
AA	1100°C	Quadrático	20,54	0,000002	0,7608
AA	1150°C	Cúbico Especial	5,24	0,033100	0,7074
MR	1000°C	Quadrático	6,59	0,002603	0,9080
MR	1100°C	Quadrático	9,80	0,000302	0,9349
MR	1150°C	Cúbico Especial	58,45	0,000000	0,9742

<sup>a</sup> Nível de significância da análise de 5%

As Figuras 4.4 a 4.9 apresentam as superfícies de resposta obtidas com as equações 3.6 para as absorções de água e módulos de ruptura à flexão das composições.

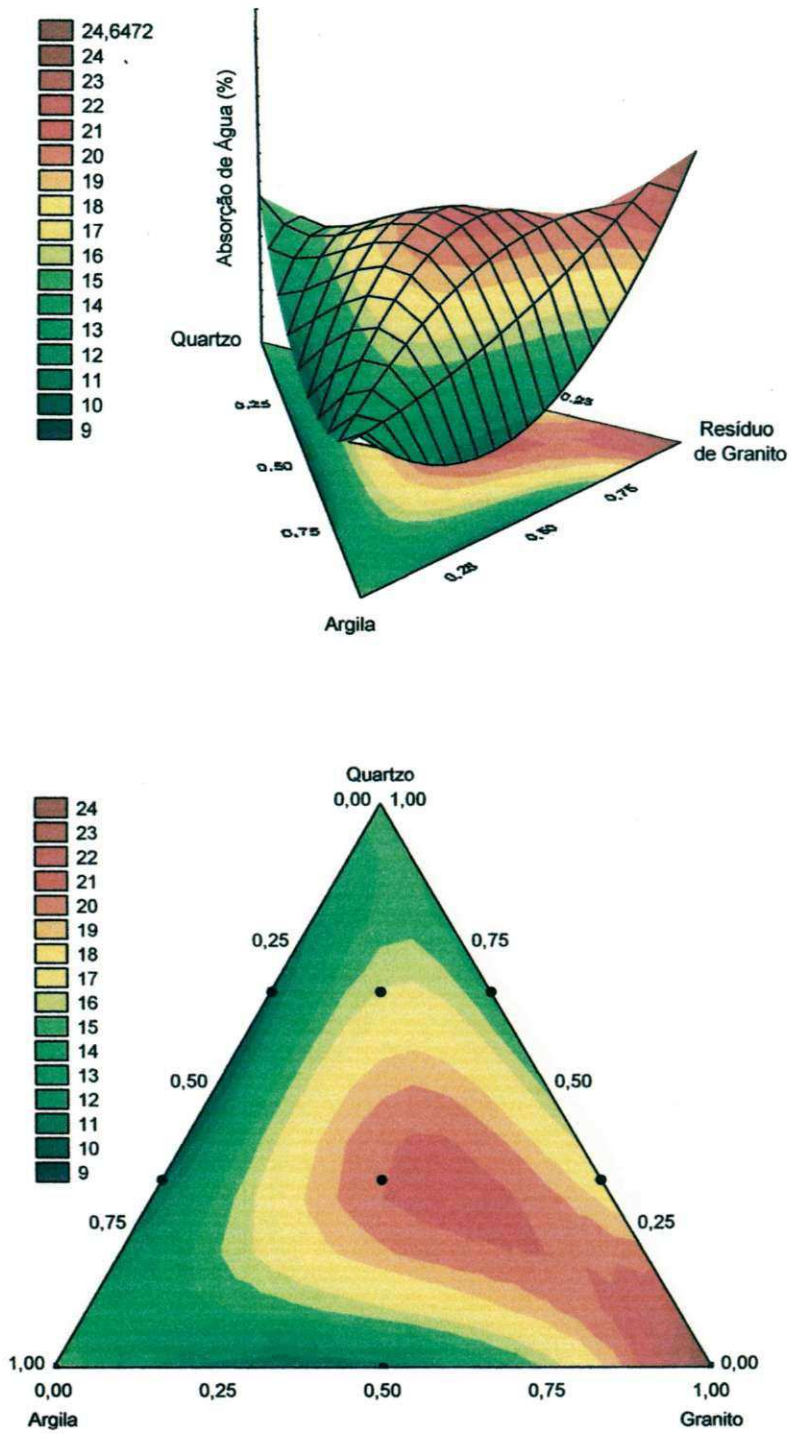


Figura 4.4 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1000°C.

Com base nesta Figura ( 4.4) pode-se observar o efeito da combinação das matérias-primas, sobre as propriedades analisadas e a variação do seu efeito nas propriedades de acordo com a temperatura de queima. Verifica-se que a influência da combinação das matérias-primas sobre a absorção de água e módulo de ruptura se altera conforme a temperatura de queima. Analisando a Figura 4.4 observa-se os maiores valores de absorção de água para as composições localizadas próximo ao vértice do resíduo de granito. Quando se realiza a queima a 1000°C observa-se que a adição do quartzo e do resíduo de granito à argila favorecem a redução da absorção de água.

A Figura 4.5 mostra as curvas dos valores das superfícies de resposta do módulo de ruptura após queima a 1000°C. Observa-se que os maiores valores estão localizados no vértice das composições com maior percentual em massa de argila, diminuindo à medida que vai se aproximando para os vértices do quartzo e do resíduo de granito. As placas cerâmicas podem ser classificadas com a combinação de valores de absorção de água e módulo de resistência à flexão. De acordo com a norma NBR -13818 uma peça que apresenta uma absorção de água entre 10-20% e uma resistência mecânica à flexão entre 15-20 MPa é classificada como um produto poroso, portanto as composições 1, 5 e 6 (Tabela 3.1) apresentam valores dentro dos especificados, sendo os produtos obtidos com essas formulações indicados para a produção de revestimentos porosos.



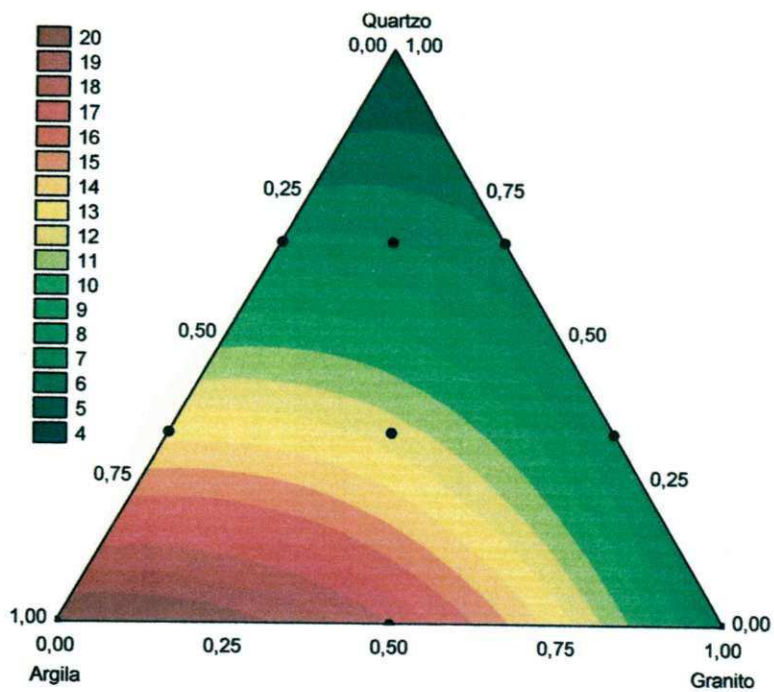
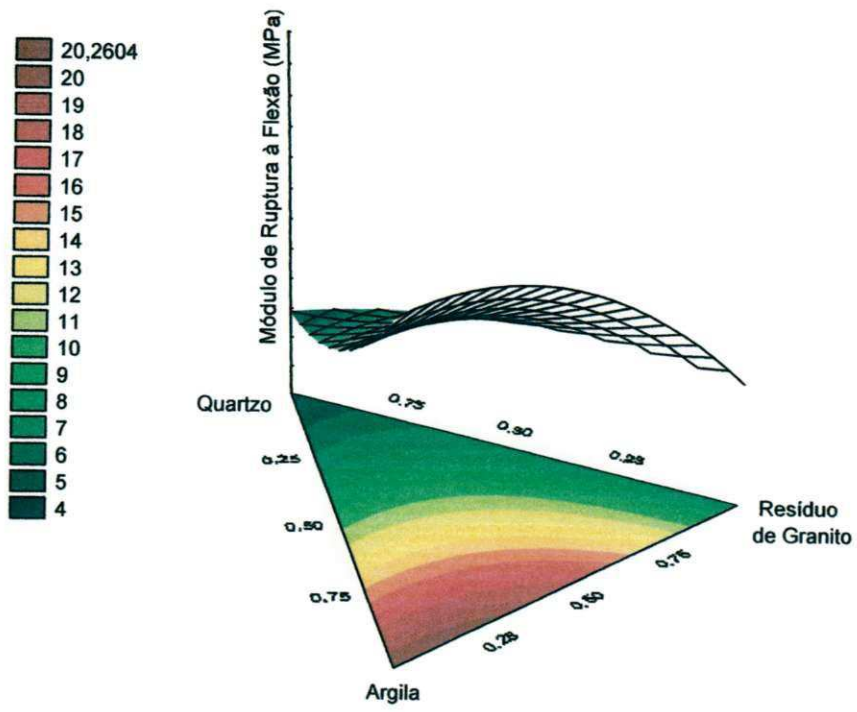


Figura 4.5 - Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1000°C

Analisando a Figura 4.6 observa-se os maiores valores de absorção de água para as composições localizadas próximo ao vértice do quartzo. Quando se realiza a queima a 1100°C observa-se que a adição do resíduo de granito à argila favorece a redução da absorção de água, por possuir óxidos fundentes, os quais ajudam na formação da fase vítrea e conseqüentemente na densificação dos corpos cerâmicos.

A Figura 4.7 mostra as curvas dos valores das superfícies de resposta do módulo de ruptura após queima a 1100°C. Observa-se que os maiores valores estão localizados no vértice das composições com maior percentual em massa de argila, diminuindo à medida que vai se aproximando para os vértices do quartzo e do resíduo de granito. De acordo com a norma NBR -13818 uma peça que apresenta uma absorção de água entre 6-10% e uma resistência mecânica à flexão entre 18-30 MPa é classificada como um produto semi-poroso, portanto, observa-se que as composições contendo argila e o resíduo de granito (composição 6, Tabela 3.1), assim como, argila e quartzo (composição 5, Tabela 3.1) apresentam valores de absorção de água e módulo de ruptura á flexão que as classificam como adequadas para a produção de peças semi-porosas.

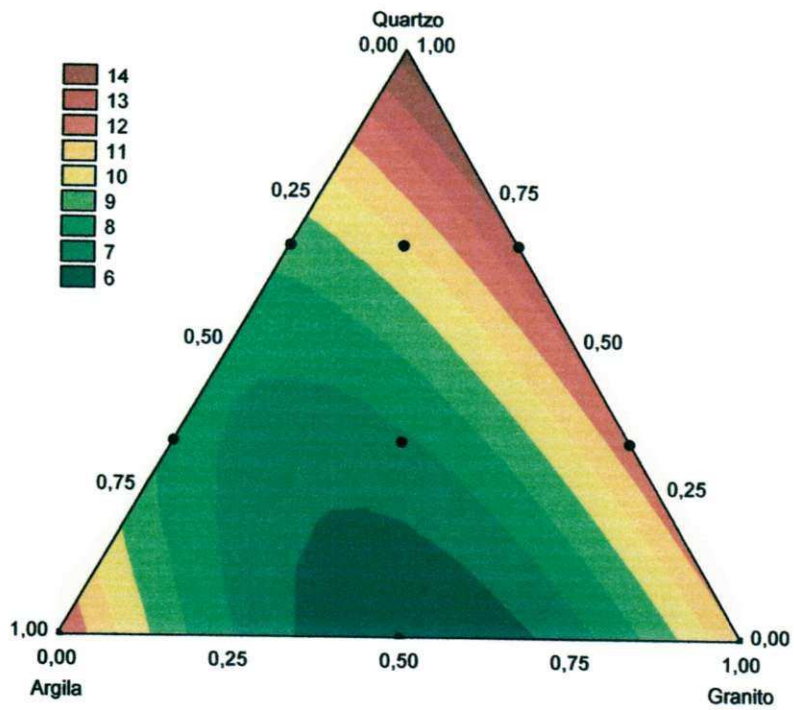
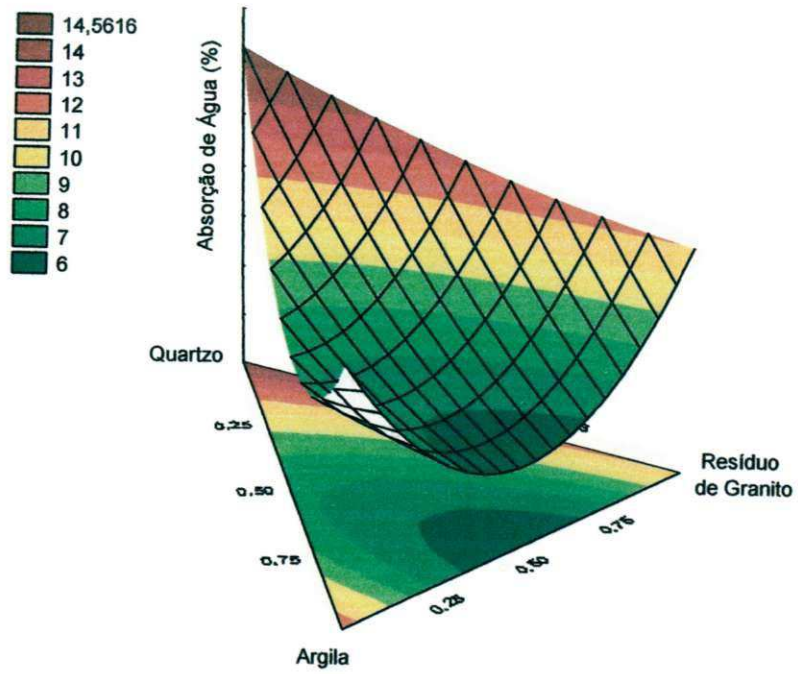


Figura 4.6 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1100°C.

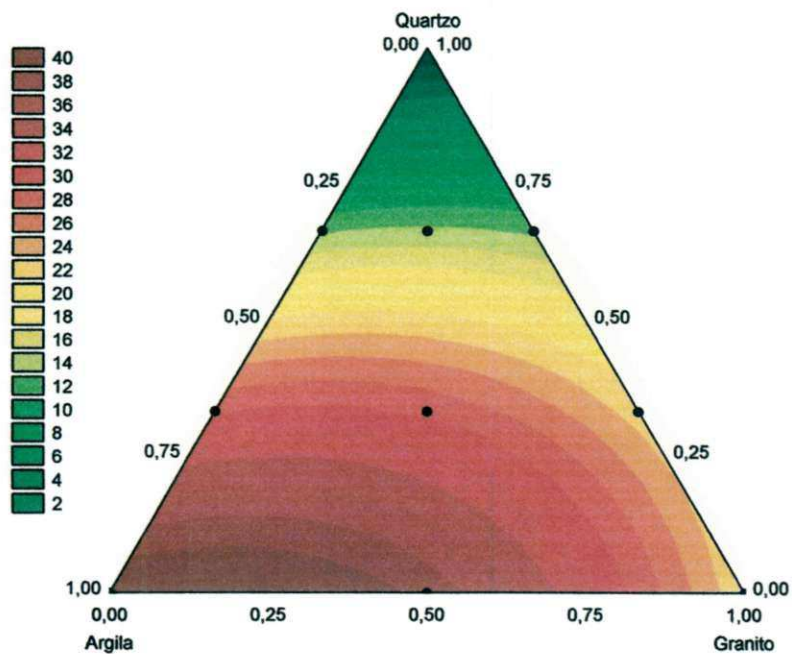
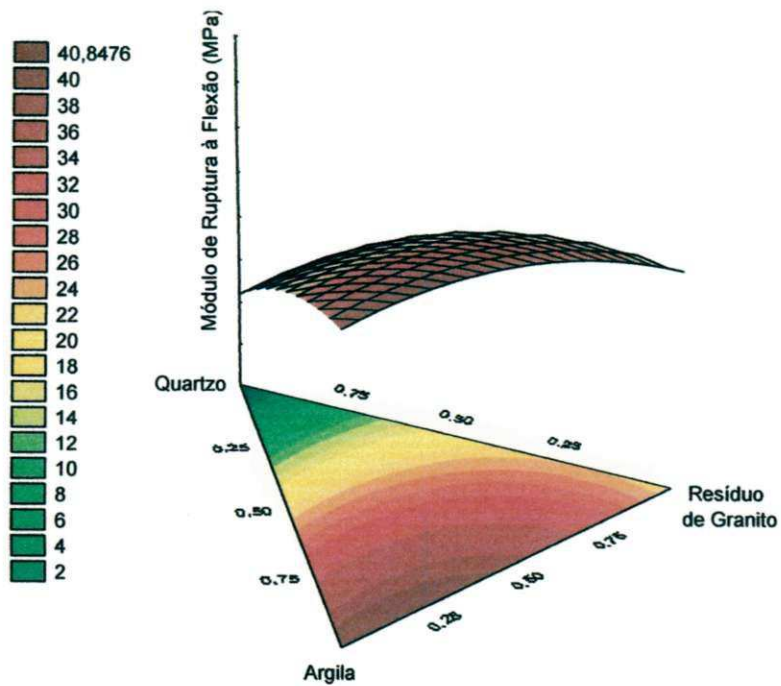


Figura 4.7 - Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1100°C

Analisando a Figura 4.8 observa-se um comportamento parecido ao dos corpos queimados a 1100°C, os maiores valores de absorção de água foram apresentados para as

composições localizadas próximo ao vértice do quartzo, as composições com maiores teores de resíduo de granito apresentam absorções levemente inferiores às composições com elevados teores de argila.

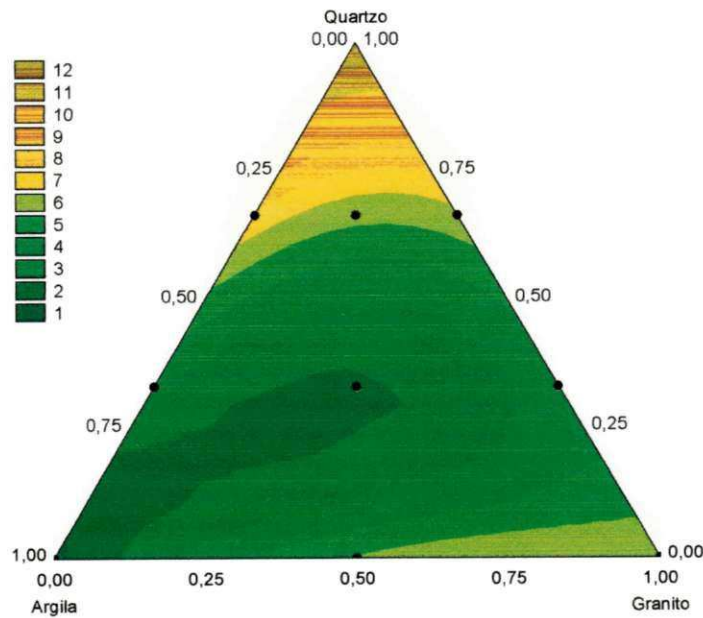
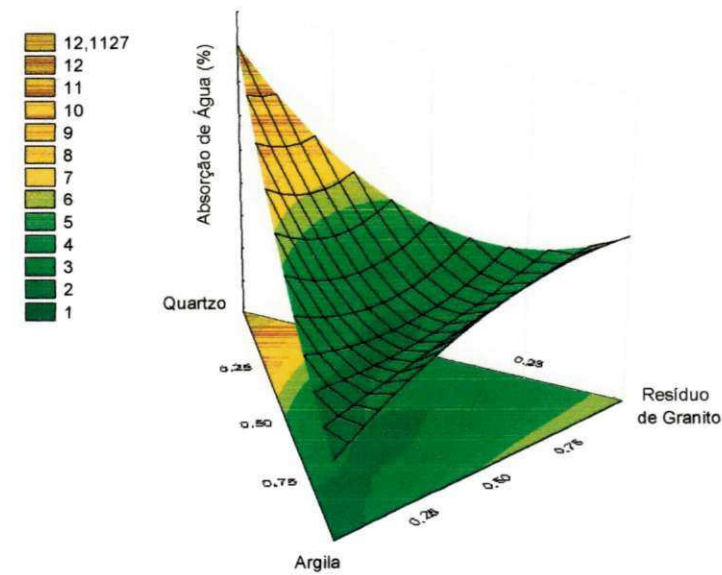


Figura 4.8 - Superfície de resposta para a absorção de água após queima a 1150°C.

A Figura 4.9 mostra as curvas dos valores das superfícies de resposta do módulo de ruptura após queima a 1150°C.

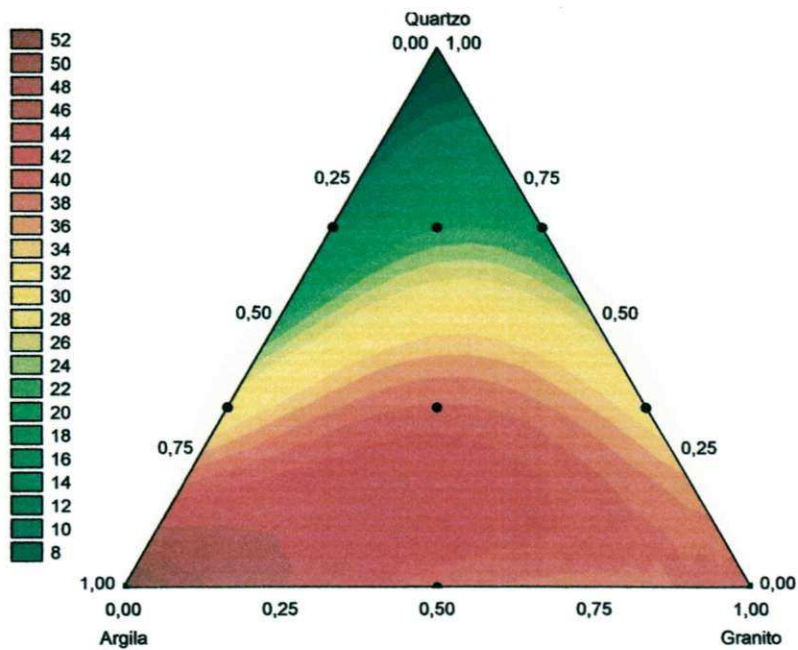
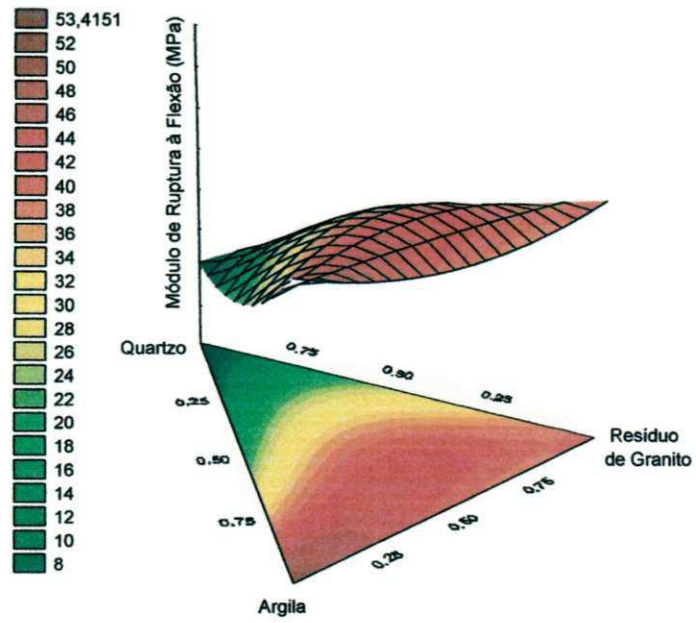


Figura 4.9- Superfícies de resposta para o módulo de ruptura após queima a 1150°C

Observa-se que os maiores valores estão localizados no vértice das composições com maior percentual de argila. De acordo com a norma NBR -13818 uma peça que

apresenta uma absorção de água entre 3-6% e uma resistência mecânica à flexão entre 32-35 MPa é classificada como um produto semi-grés, portanto, observa-se que a composição contendo argila, resíduo de granito e quartzo (composição 9, Tabela 1) apresentam valores de absorção de água e módulo de ruptura à flexão que a classifica como adequada para a produção de revestimentos denominados semi-grés. Observa-se a possibilidade de produção de peças com 25% de resíduo de granito, 25% de quartzo e 50% de argila.

Na Tabela 4.5 estão apresentados as composições utilizadas (em proporções dos originais) e os valores de absorção de água e módulo de ruptura obtida e prevista pelos modelos calculados.

Tabela 4.5 - Composições utilizadas nos testes dos modelos e os respectivos valores observados experimentais e previstos de absorção de água (AA) e módulo de ruptura (MR).

Temperatura	Composição (%)			Valores Previstos		Valores Experimentais	
	Argila	Res. Granito	Quartzo	AA	MR	AA	MR
1100°C	75,00	25,00	0,00	6,12	39,57	3,04	45,59
1150°C	75,00	25,00	0,00	1,11	42,14	1,55	47,98
1000°C	58,33	8,33	33,33	23,55	13,12	20,00	10,90
1100°C	58,33	8,33	33,33	7,08	17,68	6,83	18,63
1150°C	58,33	8,33	33,33	4,50	28,73	3,82	26,13

Com base na Tabela 4.5 observa-se que as medidas experimentais da absorção de água e resistência mecânica após queima a 1100 °C e 1150°C para a composição com 58,33% de argila encontram-se próximas das estimativas calculadas pelos modelos correspondentes. A pequena variabilidade (inferior a 10%) entre os valores previstos e experimentais para a composição contendo 8,33% de resíduo e queimada a 1100 e 1150 °C, confirmam o comportamento observado através da análise de variância (Tabela 4.4) dos modelos ajustados a estas variáveis.

## 5. CONCLUSÕES

A partir da análise dos resultados concluiu-se que:

- ✓ O resíduo é constituído por quartzo, mica e feldspato, com composição química apresentando alto teor de fundente;
- ✓ A metodologia de planeamento experimental associada à superfície de resposta é uma ferramenta que permite analisar e compreender o comportamento e evolução da absorção de água e da resistência mecânica das composições contendo resíduo de granito frente à temperatura de queima, o que possibilita o desenvolvimento de composições com a maximização do teor de resíduo da serragem de granito;
- ✓ O aumento na temperatura de sinterização para 1150°C favoreceu uma melhoria nas propriedades das composições estudadas;
- ✓ O estudo desenvolvido com as composições contendo resíduo de granito poderá trazer inúmeros benefícios ao meio ambiente e as indústrias beneficiadoras e de transformação, visto a possibilidade da economia de recursos naturais, prolongando a vida útil de jazidas e da redução dos custos finais, além de resultar em novas matérias-primas para uma série de setores industriais.



## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Encontram-se, abaixo relacionadas, algumas perspectivas de estudos futuros, que se propõem como extensão deste trabalho de dissertação.

- ✓ Estudo com outros percentuais do resíduo de granito visando incorporar maiores teores deste a massa cerâmica .
- ✓ Expandir o estudo para outras massas buscando novas aplicações para o resíduo de granito.
- ✓ Realizar teste de solubilização para verificar se ocorreu a inertização do resíduo de granito para garantir que não ocorrerão problemas com os produtos obtidos este resíduo.
- ✓ Analisar a influência da granulometria do resíduo de granito sobre as propriedades das peças obtidas com a adição deste nas massas cerâmicas.

## 7. REFERÊNCIAS

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas; Norma Técnica; NBR 13818 Placas cerâmicas para revestimento – especificação e métodos de ensaio, p. 78, (1997).

ACCHAR, W.; VIEIRA, F.A.; HORTZA, D. Effect of marble and granite sludge in clay materials. *Materials Science and Engineering*, A 419, pp. 306-309. 2006. Acessado em dezembro de 2007.

BARROS NETO, B., SCARMINIO, J.S & BRUNS, R.E., Planejamento e Otimização de Experimentos, 2ª Edição, Ed. UNICAMP, Campinas-SP, 1996.

CAIADO, M. A. C., MENDONÇA, A. S. F., Anais 18º Cong. Bras. Eng. Sanit. Amb., Salvador, BA 185, 1995.

CARVALHO, M. R. S., Aplicação de Feldspatos Extraídos de Resíduos de Pedreiras de granito nas Indústrias de Cerâmica e Vidro, buscando-se as tecnologias limpas, Dissertação de Mestrado–UFRJ, 2004.

CARVALHO, M. R. S., CARRISSO, R. C. C., RIBEIRO, R. C. C., Aplicação de feldspatos extraídos de resíduos de Pedreiras de granito nas indústrias de cerâmica e Vidro, buscando-se as tecnologias limpas. Disponível em: [http://www.cetem.gov.br/publicacao/serie\\_anais\\_XII](http://www.cetem.gov.br/publicacao/serie_anais_XII). Acessado em 08 de dezembro de 2007.

CORNELL, J., Experiments with Mixtures, 3<sup>rd</sup> Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2002.

CORREIA, S. L. HOTZA, D., SEGADÃES, A. M., Otimização da resistência mecânica de corpos cerâmicos em função de matérias-primas e restrições de propriedades tecnológicas, Cerâmica, 2004.

CORREIA, S. L., CURTO, K. A. S., HOTZA, D., SEGADÃES, A. M., Using statistical techniques to model the flexural strength of dried triaxial ceramic bodies, *J. Eur. Ceram. Soc.* **24**, 9, 2813-2818, 2004.

CORREIA, S.L., HOTZA, D., SEGADÃES, A.M., Uso de Técnicas de Planejamento Experimental e Programação Não Linear para Otimização de Massas Cerâmicas Triaxiais, *Revista Matéria*, v. 9, n. 4, pp. 271 – 279, 2004.

CRQ – Conselho Nacional de Química. CERÂMICAS. Disponível em [http://www.crq4.org.br/qv\\_ceramicas](http://www.crq4.org.br/qv_ceramicas). Acesso em 14/04/2007.

D. LISBOA, A.M.G.D. MENDONÇA, R.R. MENEZES, L.N.L. SANTANA, G.A. NEVES, H.C.FERREIRA, Otimização de massas cerâmicas contendo resíduos de caulim e

granito aplicando planejamento experimental, 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador-BA, 2007.

DERJAGUIN, B.V., LANDAU, L., Acta Physicochim. 14, 633, 1941.

DETONI, M. M<sup>a</sup> M. L., Aplicação de Metodologia Multicritérios de Apoio à Decisão na Definição de Características de Projetos de Construção – Florianópolis-SC, Maio 1996. Disponível em [www.eps.ufs.br/dissertação/96/detoni/cap.5.html](http://www.eps.ufs.br/dissertação/96/detoni/cap.5.html).

GIOVANINI. Em 2009 volume de exportação deve atingir 1,5 bilhão de dólares. Disponível em: [www.feiradomarmore.com.br](http://www.feiradomarmore.com.br). Acessado em março de 2008.

HEIDE M., MATTA P. M., ROBERTO F. A. C., Rochas Ornamentais. Disponível em [www.dnpm.gov.br/assets/galeriaDocumento/SumarioMineral2007/rochas\\_SM2007.doc](http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriaDocumento/SumarioMineral2007/rochas_SM2007.doc).

HIEMENZ, P.C., Principles of Colloid and Surface Chemistry, 2nd Ed. Marcel Dekker, New York, p. 815. 1986.

HORLE, L.F.; BASEGIO, T.M.; BERGMANN, C.P., Incorporação de resíduos de fundição e, cerâmicas de argila vermelha, 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba, p.1-8, 2004.

JUMAA M., KLEINEBUDDE, P., MULLER, B. W., Mixture experiments with the oil phase of parenteral emulsions, Eur. J. Pharmac. Biopharmac. **46**, 161-167, 1998.

KUMMER L., BASSETTI, F. DE J., RIELLA, H. G., AZEVEDO, J.C.R., Reutilização de Porcelanato e Feldspato na Fabricação de Novo Produto Cerâmico. Cerâmica Industrial, v. 12, n. 3, p. 34, 2007.

L. KUMMER, F. DE J. BASSETTI, H. G. RIELLA, J.C.R. AZEVEDO, Reutilização de Porcelanato e Feldspato na Fabricação de Novo Produto Cerâmico. Cerâmica Industrial, v. 12, n. 3, p. 34, 2007.

MENEZES, R. R., FERREIRA, H. S., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C., Cerâmica, 48, 306, 92-101, 2002.

MENEZES, R.R.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. A.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C., Use of granite sawing wastes in the production of ceramic bricks and tiles. Journal of the European Ceramic Society 25 1149-1158, 2005.

MINEROPAR - MINERAIS DO PARANÁ S.A. Indústria da cerâmica vermelha. Disponível em: [minerais@pr.gov.br](mailto:minerais@pr.gov.br) . Acessado em: 10 de março de 2007.

MOREIRA, J. M. S., Utilização de resíduo de serragem de granito proveniente do estado do Espírito Santo em cerâmica vermelha, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, RJ, 2003.

MOREIRA, J.M.S., FREIRE, M.N., HOLANDA,, J.N.F., Utilização de resíduo de serragem de granito proveniente do estado do Espírito Santo em cerâmica vermelha. *Cerâmica*, v. 49 p. 262-267, 2004.

MOTHÉ FILHO, H. F., POLIVANOV, H., MOTHÉ, C. G., *Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Florianópolis-SC, p. 401-412, 2001.

MOTHÉ, C. G., MOTHÉ FILHO, H. F., ALMEIDA, V. C., *Key Eng. Mater.* 189-191, 132-137, 2001.

MOTTA, J.F.M., ZANARDO, A., JÚNIOR, M.C., TANNO, L.C., CUCHIERATO,G., *As Matérias-primas Plásticas para a Cerâmica Tradicional: Argilas e Caulins. Cerâmica Industrial*, v. 9, p. 33-42, 2004.

MYERS, R., MONTGOMERY, D., *Response Surface Methodology*, 2<sup>nd</sup> Ed., John Wiley & Sons, Inc., New York , 2002.

PEREIRA, F. R., *Valorização de resíduos industriais como fonte alternativa mineral: composições cerâmicas e cimentíceas – Tese de doutorado, Universidade de Aveiro-Portugal – 2006.*

PEREIRA, F. R., *Valorização de resíduos industriais como fonte alternativa mineral: composições cerâmicas e cimentíceas – Tese de doutorado, Universidade de Aveiro-SC – 2006.*

PUREZA, J. C. C., VICENZI, J., BERGMANN, C. P., *Utilização de Resíduos de Baixa Granulometria como Matéria-prima na Produção de Cerâmica Vermelha: Considerações quanto aos Mecanismos de Sinterização. Cerâmica industrial*, v. 12, n. 3, p. 27, 2007.

R. R. MENEZES, H. S. FERREIRA, G. DE A. NEVES, H. C. FERREIRA, *The use of granite wastes as ceramic raw material, Cerâmica* 48 (306), 2002.

R. R. MENEZES, H. S. FERREIRA, G. DE A. NEVES, H. C. FERREIRA, *Uso de rejeitos de granitos como matérias-primas cerâmicas, Cerâmica* v..48 n.306, 2002.

RIBEIRO, K. F., GONÇALVES, W. P., MORAIS, C. C G., SANTANA, L. N. L., NEVES, G. A., MENEZES, R. R., *Caracterização do Resíduo de Granito Visando A Utilização em Massas Cerâmicas, Anais do 1º SINRES, Campina Grande –PB, p. 1-8, 2007.*

RIBEIRO, K.F.DA S., GONÇALVES, W.P., MORAIS, C.C.G., SANTANA, L.N.L., LIRA, H.L., NEVES, G. DE A., MENEZES, R.R., *Utilização de resíduo de granito em massas cerâmicas empregadas na obtenção de revestimento, 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador-BA, 2007.*

SANTANA, L.N.L; SILVA, G.M.G; NEVES, G.A.; LIRA, H.L.; FERREIRA, H.C.; ALMEIDA, R.R., *Uso de resíduo de granito em composições de massas para fabricação de*

revestimento cerâmico, Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Blumenau-SC, 2006.

SAUTEREY, R., in: Proceedings Aiaeenpc, p. 1- 37. 1978.

SCHABBACH, L. M., OLIVEIRA A. P. N., FREDEL, M. C., HOTZA, D., Am. Ceram. Soc. Bull. **82**, 47-50, 2003.

SEGADÃES, A.M., CARVALHO, W., ACCHAR, M.A.,. Using marble and granite rejects to enhance the processing of Clay products. Applied Clay Science 30, 42-52, 2005.

SIGMUND, W.M., BELL N.S., L. BERGSTROM, J. Am. Ceram. Soc. 83, 7, 1557, 2000.

SILVA, A.P., SEGADÃES, A.M., DEVEZAS, T.C., Aplicação de métodos estatísticos na otimização da densidade de empacotamento de distribuições de pós de alumina, Cerâmica Industrial v **53**, p. 325, 347, 2007.

SILVA, G.M.G., NEVES, G.A., LIRA, H.L., ALMEIDA, R.R., SANTANA, L.N.L., Uso de resíduos de granito em composição de massas para Fabricação de revestimento cerâmico. Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Blumenau, SC, 2006.

SILVA, S. A., Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Espírito Santo, DEA, Vitória-ES, 1998.

SOUTO, K.M., NEVES, G.A., FERREIRA, H.C., SILVA, M.C., Aproveitamento da serragem de granitos para confecção de tijolos e telhas cerâmicos. Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis-SC, p. 420-2701. 2001.

SOUZA SANTOS, P. Tecnologia de Argilas 3º Edição. São Paulo, v. I. Edgar Blücher Ltda, 1992.

TORRES, P., FERNANDES, H.R., AGATHOPOULOS, S. D.U.TULYAGANOV., J.M.F. FERREIRA, Incorporation of granite cutting sludge in industrial porcelain tile formulations. Journal of the European Society 24, 3177-3185, (2004).

VERWEY., E.J.W., OVERBEEK, J.T.G., Theory of the Stability of Lyophobic Colloids, Elsevier Publ. Co. Inc., Inc, Amsterdam , pp. 1-63,1948.

VIEIRA, C. M. F., HENRIQUES, D. N., PEITER, C. C, CARVALHO, E. A., MONTEIRO, S. N., Utilização de Gnaisse Fino em Massa Cerâmica para Telhas, Revista Matéria, v. 11, n. 3, pp. 211 – 216, 2006.

VIEIRA, C. M. F., HOLANDA, J. N. F., PINATT, D. G., Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes, Revista Cerâmica, v. 46, n. 297, São Paulo. 2000.

VIEIRA, C. M. F., HOLANDA, J. N. F., PINATT, D. G., Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes, *Revista Cerâmica*, v. 46 n.297 São Paulo. 2000.

VIEIRA, C. M. F., MONTEIRO, S. N., Cerâmica Argilosa Incorporada com Resíduo Oleoso Proveniente do Setor Petrolífero, *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, pp. 217–222, 2006.

VIEIRA, C. M. F., SOARES, T. M., MONTEIRO, S. N., Massas cerâmicas para telhas: características e comportamento de queima, *Cerâmica* v. 49 no. 312, 2003.

VIEIRA, C.M.F.; SOARES, T.M.; SÁNCHEZ, R.; MONTEIRO, S.N. Incorporation of granite waste in red ceramics. *Materials Science & Engineering, A* 373, 115-121, 2004.

WIKIPÉDIA. Granito Disponível em: [pt.wikipedia.org/wiki/Granito](http://pt.wikipedia.org/wiki/Granito). Acessado em 11 de março de 2007.

XAVIER, G. C., JÚNIOR, F. S. A., SOARES, M. P., Anais do 46º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Paulo-SP, p. 1494-1507, 2002.

XAVIER, G. C.; SABOYA, F. A.; MAIA, P.; ALEXANDRE, J., Estudo da alteração de peças cerâmicas incorporadas com resíduo de granito através do ensaio de ciclos de umidade – Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica - Blumenau-SC, maio 2006.

XAVIER, G. DE CASTRO, JÚNIOR, F. S. A., MAIA, P.C.DE A., ALEXANDRE, A., Estudo da alteração de Peças cerâmicas incorporadas com resíduo de granito através do ensino de ciclos de umidade – Parte II, 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador-BA, 2007.

XAVIER, G.C., JÚNIOR, F.S.A., MAIA, P. C.A., ALEXANDRE, J., Estudo da alteração de peças cerâmicas incorporadas com Resíduo de granito através do ensaio de ciclos de umidade. Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Blumenau, SC, 2006.

YANG, C. H., LI, Y. J., WEN, T. C., *Ind. & Eng. Chem. Res.* 36, 5 1614-1621, 1997.

ZAUBERAS, R.T., BOSCHI A.O., Avaliação de uma Metodologia para a Formulação de Massas para Produtos Cerâmicos, *Revista Cerâmica Industrial*, v. 9, n. 5/6, 2007.