

BEATRYZ CARDOSO MENDES

**REAPROVEITAMENTO DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO,
LIBERADO NO DESASTRE ENVOLVENDO O ROMPIMENTO DA
BARRAGEM DE FUNDÃO (MG), NA PRODUÇÃO DE BLOCOS
CERÂMICOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA
MINAS GERAIS – BRASIL
2019

**Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa**

T

Mendes, Beatryz Cardoso, 1995-
M538r Reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, liberado
2019 no desastre envolvendo o rompimento da barragem de Fundão
(MG), na produção de blocos cerâmicos / Beatryz Cardoso
Mendes. – Viçosa, MG, 2019.
xi, 76 f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Orientador: Leonardo Gonçalves Pedroti.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.
Inclui bibliografia.

1. Alvenaria. 2. Cerâmica (Tecnologia). 3. Vedação
(Tecnologia). 4. Resíduos como material de construção.
5. Rejeitos de minério de ferro. 6. Barragens de rejeitos -
Mariana (MG). I. Universidade Federal de Viçosa. Departamento
de Engenharia Civil. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil. II. Título.

CDD 22. ed. 624.183

BEATRYZ CARDOSO MENDES

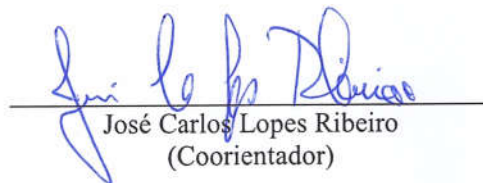
**REAPROVEITAMENTO DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO,
LIBERADO NO DESASTRE ENVOLVENDO O ROMPIMENTO DA
BARRAGEM DE FUNDÃO (MG), NA PRODUÇÃO DE BLOCOS
CERÂMICOS**

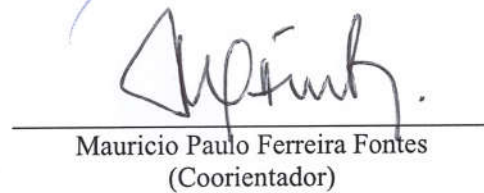
Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

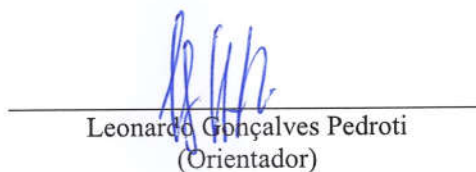
APROVADA: 15 de fevereiro de 2019.


Carlos Maurício Fontes Vieira


Jonas Alexandre


José Carlos Lopes Ribeiro
(Coorientador)


Mauricio Paulo Ferreira Fontes
(Coorientador)


Leonardo Gonçalves Pedroti
(Orientador)

AGRADECIMENTOS

Gratidão primeiramente a Deus, pelas bênçãos e providências, e à Virgem Maria pela constante intercessão.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Engenharia Civil, pela possibilidade de alcançar mais um grau acadêmico e pelo ensino de excelência desde a graduação; e às agências de fomento CAPES e FAPEMIG pela bolsa concedida e todo o investimento empreendido na realização desta pesquisa.

À Professora Dr^a. Rita de Cássia Silva Sant’Anna Alvarenga (*in memoriam*), aquela que me direcionou a este tema e esteve comigo durante muitos anos, sempre me incentivando e me inspirando a ser melhor.

Ao Professor Dr. Leonardo Gonçalves Pedroti, meu segundo orientador e “pai”, por ter aceito a missão de me orientar, pelos direcionamentos dados, paciência, parceria e confiança.

Ao Professor Maurício Paulo Ferreira Fontes, meu coorientador, por ter me recebido em seu projeto e por todo o suporte dado no decorrer do mestrado, e ao Professor Dr. José Carlos Lopes Ribeiro, também meu coorientador, pelas revisões, correções e companheirismo de sempre.

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, e também aos externos, por todo o conhecimento transmitido e disposição a ensinar.

Ao Laboratório de Materiais de Construção, onde considero a minha segunda casa desde 2015 (DEC/UFV), ao Núcleo de Microscopia e Microanálise (UFV), onde realizei os infinitos MEV’s, aos Laboratórios de Mineralogia dos Solos e de Geoquímica (DPS/UFV), ao Laboratório de Materiais de Construção (DECIV/UFOP) e ao Laboratório de Celulose e Papel (LCP-UFV), que foram utilizados no decorrer deste trabalho.

Aos técnicos dos Laboratórios de Materiais de Construção e de Geotecnia pela amizade, solicitude, pelas conversas e brincadeiras que tornaram esse processo muito mais fácil e agradável.

Ao estagiário Pedro Cota Drummond, famoso “Pedrim”, por toda a ajuda (desde o peneiramento até a limpeza da extrusora) e pela amizade que cultivamos com o tempo, e ao Pós-Doutorando Anderson Almeida Pacheco pela disposição em contribuir com o trabalho (principalmente nas análises mineralógicas) e pelo acompanhamento constante.

Aos meus colegas da pós e amigos (do laboratório e os demais também) por tornarem essa jornada muito mais agradável, por todo o companheirismo, amizade e ajuda, seja física ou espiritual. Em especial, agradeço a Márcia, Verônica, Géssica, Jaqueline, Well e ao MUR, por terem me dado suporte diário e por todo o carinho demonstrado.

Por fim, agradeço aos meus pais Maria Adenice e Ilton, por serem a minha base sólida e o meu refúgio, e por terem me conduzido ao que sou hoje; ao meu irmão Eduardo, meu fiel companheiro, pelo carinho, risadas e cumplicidade; ao meu namorado Afonso, por todo cuidado, paciência e por estar sempre ao meu lado; à minha psicóloga Flávia; e a todos os meus familiares, especialmente os primos, e demais amigos por estarem sempre perto, rezando e torcendo por mim.

*“Sê humilde para
evitar o orgulho,
mas voa alto para
alcançar a sabedoria”*

(Santo Agostinho)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	vii
LISTA DE TABELAS	ix
RESUMO	x
ABSTRACT	xi
INTRODUÇÃO GERAL.....	1
1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS	1
2. OBJETIVOS.....	4
3. JUSTIFICATIVA	5
4. ESTRUTURAÇÃO DO TRABALHO	6
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	7
ARTIGO 1. APLICAÇÃO DO DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DE MISTURAS NA AVALIAÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS DE VEDAÇÃO, CONTENDO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO	10
1. INTRODUÇÃO.....	10
2. MATERIAIS E MÉTODOS	13
2.1. Coleta e caracterização das matérias primas	13
2.2. Modelo experimental	14
2.3. Produção e caracterização dos corpos de prova cerâmicos.....	16
2.4. Análise estatística	19
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	20
3.1. Caracterização das matérias-primas.....	20
3.2. Caracterização das misturas quanto à plasticidade.....	29
3.3. Caracterização dos corpos de prova cerâmicos	30
3.3.1. Densidade aparente a seco.....	30
3.3.2. Retração linear na queima	31
3.3.3. Densidade aparente pós queima.....	33
3.3.4. Porosidade aparente	35

3.3.5. Absorção d'água	36
3.3.6. Resistência à compressão axial.....	38
3.4. Determinação da composição ótima.....	43
4. CONCLUSÃO.....	46
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47
ARTIGO 2. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, MECÂNICA E AMBIENTAL DE BLOCOS CERÂMICOS DE VEDAÇÃO PRODUZIDOS A PARTIR DE REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO	53
1. INTRODUÇÃO.....	53
2. MATERIAIS E MÉTODOS	56
2.1. Materiais.....	56
2.2. Produção e caracterização dos exemplares	56
2.3. Caracterização ambiental	60
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
3.1. Caracterização dos exemplares.....	62
3.2. Caracterização ambiental	68
4. CONCLUSÃO.....	70
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72
CONCLUSÕES GERAIS.....	75
1. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	75
2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	76

LISTA DE FIGURAS

ARTIGO 1

Figura 1.1 – Matérias primas utilizadas no desenvolvimento dos blocos cerâmicos.	13
Figura 1.2 – <i>Design</i> do planejamento experimental em pseudocomponentes (rede simplex).	16
Figura 1.3 – Produção e queima dos exemplares: a) prensagem; b) molde cilíndrico; c) corpos de prova após a prensagem (secagem ao ar); d) queima em forno laboratorial.	18
Figura 1.4 – Caracterização dos exemplares: a) imersão em água fria para determinação da absorção de água e porosidade aparente; b) ensaio de determinação da resistência à compressão axial.	19
Figura 1.5 – Curvas de distribuição granulométrica das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro.	21
Figura 1.6 – Localização das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro no Diagrama de Winkler.	22
Figura 1.7 – Localização das argilas cinza e amarela no diagrama de prognóstico de extrusão.	23
Figura 1.8 – Difratoograma correspondente ao rejeito de minério de ferro.	25
Figura 1.9 – Difratoograma correspondente à argila cinza.	25
Figura 1.10 – Difratoograma correspondente à argila amarela.	26
Figura 1.11 – Análise térmica do rejeito de minério de ferro (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).	27
Figura 1.12 – Análise térmica da argila cinza (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).	27
Figura 1.13 – Análise térmica da argila amarela (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).	28
Figura 1.14 – Imagens obtidas por MEV para o rejeito de minério de ferro: (a) aproximação de 500x; (b) aproximação de 1500x.	29
Figura 1.15 – Imagem obtida por MEV para a argila cinza (aproximação: 1000x).	29
Figura 1.16 – Imagem obtida por MEV para a argila amarela (aproximação: 1000x).	29
Figura 1.17 – Localização das dez misturas no diagrama de prognóstico de extrusão .	30
Figura 1.18 – Superfície de resposta obtida para a propriedade de densidade aparente a seco.	31
Figura 1.19 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade retração linear na queima.	32
Figura 1.20 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade densidade aparente. .	34
Figura 1.21 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade porosidade aparente.	35
Figura 1.22 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade absorção d'água.	37

Figura 1.23 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade resistência à compressão axial.....	38
Figura 1.24 – Imagem obtida por microscopia ótica de uma amostra da mistura M1, queimada a 1050°C.....	39
Figura 1.25 – Imagens obtidas por microscopia ótica de amostras da mistura M4: (a) queima a 850°C; (b) queima a 1050°C.....	40
Figura 1.26 – Regiões que atendem ao critério de resistência definido pela ASTM C62.....	41
Figura 1.27 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M1: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).....	41
Figura 1.28 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M4: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).....	42
Figura 1.29 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M7: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).....	42
Figura 1.30 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M10: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).....	42
Figura 1.31 – Imagem obtida por MEV referente à mistura M1, com aproximação de 3000x.....	43
Figura 1.32 – Gráficos de desejabilidade para as temperaturas de 850°C, 950°C e 1050°C.....	44

ARTIGO 2

Figura 2.1 – Mini-extrusora utilizada para a conformação dos exemplares por extrusão, com destaque para o formato da matriz utilizada.....	57
Figura 2.2 – Exemplares conformados por extrusão após a etapa de secagem ao ar.....	58
Figura 2.3 – Exemplares extrudado e prensado após a queima.....	58
Figura 2.4 – Ensaio de solubilização feito com a amostra de blocos sem rejeito (primeiro dia de repouso).....	61
Figura 2.5 – Procedimentos para obtenção do extrato lixiviado, segundo a NBR 10005 (ABNT, 2004).....	62
Figura 2.6 – Imagens do processo de obtenção do extrato lixiviado: (a) determinação da solução de extração apropriada; (b) agitação das amostras por 16 h e 30 minutos; (c) filtração.....	62
Figura 2.7 – Gráfico que relaciona as propriedades de absorção d’água e porosidade aparente com a densidade aparente dos exemplares após a queima.....	63
Figura 2.8 – Gráfico que relaciona as propriedades de absorção d’água e resistência à compressão com a densidade aparente dos exemplares após a queima.....	63
Figura 2.9 – Gráfico que relaciona as propriedades retração linear na queima e densidade aparente a seco.....	65

LISTA DE TABELAS

ARTIGO 1

Tabela 1.1 – Composições das misturas definidas no planejamento experimental.....	16
Tabela 1.2 – Equações utilizadas para a determinação das propriedades dos exemplares após a queima.	18
Tabela 1.3 – Frações granulométricas presentes nas matérias primas.....	20
Tabela 1.4 – Características físicas das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro.....	21
Tabela 1.5 – Composição química obtida por FRX das matérias primas.....	24
Tabela 1.6 – Equações de regressão relacionadas à propriedade retração linear na queima.....	32
Tabela 1.7 – Equações de regressão relacionadas à propriedade densidade aparente....	34
Tabela 1.8 – Equações de regressão relacionadas à propriedade porosidade aparente. .	35
Tabela 1.9 – Equações de regressão relacionadas à propriedade absorção d’água.	37
Tabela 1.10 – Equações de regressão relacionadas à propriedade resistência à compressão axial.....	39
Tabela 1.11 – Valores de desejabilidade referentes às misturas, para as três temperaturas de queima.....	44
Tabela 1.12 – Composições ótimas considerando as três temperaturas de queima.	45

ARTIGO 2

Tabela 2.1 – Equações utilizadas para a determinação das propriedades dos exemplares após a queima.	59
Tabela 2.2 – Resultados obtidos para os exemplares conformados por prensagem.....	64
Tabela 2.3 – Equações obtidas no delineamento experimental de misturas, para a temperatura de 950°C.....	66
Tabela 2.4 – Comparação entre os valores estimados e obtidos experimentalmente para os exemplares prensados.	66
Tabela 2.5 – Resultados obtidos para os exemplares conformados por extrusão.	67
Tabela 2.6 – Comparação entre os valores estimados e obtidos experimentalmente para os exemplares extrudados.....	67
Tabela 2.7 – Concentrações dos elementos nos extratos solubilizados (todas as concentrações estão em mg/L).....	69
Tabela 2.8 – Concentrações dos elementos nos extratos lixiviados (todas as concentrações estão em mg/L).....	69

RESUMO

MENDES, Beatryz Cardoso, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, fevereiro de 2019. **Reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, liberado no desastre envolvendo o rompimento da barragem de Fundão (MG), na produção de blocos cerâmicos.** Orientador: Leonardo Gonçalves Pedroti. Coorientadores: Maurício Paulo Ferreira Fontes e José Carlos Lopes Ribeiro.

O intuito da presente pesquisa foi estudar uma nova alternativa para o reaproveitamento de rejeito de minério de ferro, visando a sua aplicação em blocos cerâmicos de vedação. Para tal, desenvolveu-se um planejamento experimental de misturas em rede simplex, composto por três componentes: o rejeito e dois materiais argilosos. As matérias primas foram submetidas à caracterização física, química, mineralógica e morfológica. Posteriormente, as misturas definidas por meio do planejamento experimental foram preparadas, e exemplares cilíndricos foram produzidos por prensagem. Após a queima a 850°C, 950°C e 1050°C, os corpos de prova foram caracterizados quanto à retração linear na queima, densidade aparente, porosidade aparente, absorção d'água e resistência à compressão axial. Os resultados obtidos mostraram que a incorporação do rejeito nas massas cerâmicas contribuiu para a redução da retração linear na queima e da resistência mecânica, e aumento da porosidade aparente e absorção d'água. Em seguida, determinou-se a composição ótima, contendo 29,1% (em massa) de rejeito e que atendeu aos critérios normativos (nacional e internacional). A partir dessa mistura ideal, novos exemplares foram produzidos por prensagem e extrusão, e submetidos a queima a 950°C. Após a caracterização física e mecânica, os resultados experimentais foram confrontados com os valores estimados, calculados por meio de modelos matemáticos. Para a caracterização ambiental, foram realizados os ensaios de solubilização e lixiviação em amostras de bloco com o rejeito de minério de ferro, e amostras de bloco comercial produzido com as mesmas argilas utilizadas na presente pesquisa. As concentrações medidas foram comparadas com os limites máximos estipulados pela ABNT NBR 10004:2004, que permite a classificação dos materiais em termos de periculosidade. Foi constatado que a mistura ótima definida demonstrou melhor comportamento em relação à imobilização de metais, e pode ser classificada como não tóxica e não inerte.

ABSTRACT

MENDES, Beatryz Cardoso, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, February, 2019. **Reuse of iron ore tailing, from the disaster involving the Fundão's dam rupture, in the production of clay bricks.** Adviser: Leonardo Gonçalves Pedroti. Co-advisers: Maurício Paulo Ferreira Fontes and José Carlos Lopes Ribeiro.

The intent of this research was to study a new alternative for the recycling of iron ore tailing, aiming its application in construction clay bricks. For such purpose, a simplex design of experiments was developed, using three components: the iron ore tailing and two clayey materials. The raw materials were subjected to physical, chemical, mineralogical and morphological characterization. Next, the mixtures defined by the experimental design were prepared, and cylindrical samples were produced by press moulding. After the firing at 850°C, 950°C and 1050°C, the specimens were characterized in terms of firing linear shrinkage, bulk density, apparent porosity, water absorption and compressive strength. The obtained results show that the incorporation of tailing in ceramic masses decreases the linear shrinkage and mechanical strength, and increases the apparent porosity and water absorption. Then, the optimal composition was determined, that contains 29,1% (by mass) of iron ore tailing and meets the standard specifications (national and international). From this ideal mixture, new samples were produced by pressing and extrusion, and subjected to firing at 950°C. After the Physical and mechanical characterization, the experimental results were compared with the estimated values, calculated by mathematical models. For the environmental characterization, solubilization and leaching tests were carried out in brick samples with the iron ore tailing and commercial brick samples, produced from the same clays used in this study. The measured concentrations were compared with the maximum limits defined by ABNT NBR 10004:2004, that allows the classification of materials in terms of hazardousness. It was found that the optimal mixture demonstrated better behavior in relation to the metals immobilization, and it can be classified as non-toxic and non-inert.

INTRODUÇÃO GERAL

1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O Brasil é considerado um dos maiores produtores de minério de ferro do mundo, com uma produção de, aproximadamente, 412 milhões de toneladas no ano de 2014 (DNPM, 2016). A quantidade de resíduos oriunda desta cadeia produtiva é proporcional à sua importância. Segundo o Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT, 2016), para cada tonelada de minério de ferro processado no Brasil, são produzidos 400 kg de rejeitos. Entende-se por “rejeito” o material resultante da etapa de beneficiamento e extraído paralelamente ao produto de interesse (ESPÓSITO, 2000).

O rejeito proveniente da mineração do ferro ocupa grandes áreas, e o seu manejo gera altos custos para as mineradoras com transporte e armazenamento (LI et al., 2010). Dentre as diversas formas de deposição destes materiais, as mais utilizadas são as barragens. Estas estruturas são reconhecidas por provocarem significativos impactos ambientais. Algumas são mantidas em boas condições de funcionamento, atendendo às normas de segurança mais exigentes. Outras operam com graves riscos, o que pode resultar no seu rompimento (ESPÓSITO; DUARTE, 2010)

Em novembro de 2015, no Brasil, um grave acidente foi causado devido à ruptura de uma barragem de armazenamento de rejeitos, de responsabilidade da empresa mineradora SAMARCO S/A. Cerca de 32,6 milhões de metros cúbicos de rejeito saíram do reservatório, devastando uma grande área e provocando problemas nas esferas social, econômica e ambiental. Nesta ocasião, uma grande quantidade da lama liberada foi retirada de um dos municípios atingidos (Barra Longa, MG). Esse material foi alocado em aterros a céu aberto. Para reduzir os impactos ambientais associados a tal forma de disposição e reaproveitar o rejeito, algumas soluções têm sido propostas. Uma delas é a sua aplicação na produção de materiais para a construção civil, especialmente na indústria cerâmica vermelha.

O segmento da cerâmica vermelha brasileiro integra o ramo de produtos de minerais não-metálicos da indústria da transformação. Tem como atividade a fabricação de uma gama de materiais para a construção civil, como blocos, telhas, tijolos, além de objetos ornamentais e domésticos, que podem ser manufaturados de diferentes formas (CABRAL et al., 2012; SULTANA et al., 2015). Segundo dados da Associação Nacional da Indústria Cerâmica (ANICER, 2018), a indústria cerâmica vermelha

representa 4,8% da indústria da construção civil, faturando anualmente cerca de 18 bilhões de reais.

As principais matérias primas empregadas na produção de peças em cerâmica vermelha são os solos argilosos, referenciados na literatura técnica simplesmente como “argilas”. O termo “argila” refere-se a um material natural, terroso, de granulometria fina e composto basicamente por argilominerais, partículas de quartzo, matéria orgânica, óxidos de ferro e alumínio, sais solúveis, feldspatos, carbonatos e minerais amorfos (BERGAYA; LAGALY, 2006).

Em geral, as argilas são materiais muito heterogêneos, cujas características dependem da sua formação geológica e da localização da extração (MACEDO et al., 2008). O conhecimento das suas características como plasticidade, composição química e mineralógica, cor e resistência mecânica após a queima é fundamental para sua aplicação na indústria cerâmica, uma vez que possibilita o entendimento das formulações e tecnologias de produção adequadas para a obtenção de produtos com os aspectos finais desejados (CELIK, 2010; NGUN et al., 2011).

Os argilominerais presentes nas argilas (ex.: ilita, caulinita, montmorilonita) são responsáveis por conferir plasticidade à massa cerâmica e garantir a resistência mecânica necessária aos produtos. Baixos teores de montmorilonita são tolerados para melhorar as condições de plasticidade; altas porcentagens, por sua vez, prejudicam a secagem devido à intensa retração. A presença de caulinita contribui para uma boa conformação das peças. Crescentes quantidades de ilita resultam na diminuição do ponto de fusão, o que conduz à maior produção da fase vítrea e, conseqüentemente, diminuição da absorção d'água (ARSENOVIĆ et al., 2015; EL FGAIER et al., 2016; ESCALERA et al., 2014).

Os demais óxidos e minerais que compõem a massa cerâmica também influenciam no processamento e nas características do produto final. A sílica livre (SiO_2), correspondente ao quartzo, melhora a resistência ao impacto da peça, devido à elevada dureza. Por outro lado, o excesso deste mineral causa a diminuição da resistência mecânica. Os óxidos alcalinos e alcalinos terrosos, como Na_2O , K_2O , CaO e MgO tendem a reduzir a refratariedade dos corpos cerâmicos, além de atuarem como fundentes. Os compostos fundentes, ao reagirem com a sílica e a alumina, têm a capacidade de diminuir a temperatura necessária para a formação da fase líquida durante a etapa de queima, acarretando na queda da porosidade da peça (BARBA, 1997; CELIK, 2010; VIEIRA et al., 2004).

A ocorrência do óxido de ferro III, especialmente na forma de hematita (α - Fe_2O_3), também provoca alterações nas características dos corpos cerâmicos produzidos. Este óxido é responsável por conferir coloração avermelhada após a queima, e pode causar efeitos inesperados na textura das peças (LAHCEN et al., 2014). Diferentes autores ainda demonstraram que os cátions Fe^{3+} podem substituir, parcialmente, os íons Al^{3+} na posição octaédrica da estrutura da caulinita (KAMSEU et al., 2007; MILHEIRO et al., 2005).

O setor da cerâmica vermelha apresenta alto potencial para a absorção de resíduos em sua cadeia produtiva. A variabilidade natural nas características das argilas e o uso de técnicas de processamento relativamente simples facilitam a adição de diversos materiais residuais (VIEIRA et al., 2006). As altas temperaturas adotadas na etapa de queima, fundamentais para a consolidação das partículas, permite a desintegração de compostos orgânicos, volatilização de substâncias tóxicas e a imobilização de contaminantes inorgânicos no interior da fase vítrea (MONTEIRO et al., 2008; PINATTI et al., 2006). Além disso, alguns resíduos podem facilitar o processo de fabricação bem como melhorar o desempenho de peças cerâmicas (VELASCO et al., 2016; ZHANG, 2013).

Diversas pesquisas têm sido desenvolvidas visando à utilização de variados tipos de resíduos na produção de blocos cerâmicos à base de argila, como cinzas volantes, pontas de cigarro, lodo de estação de tratamento de efluentes, escória de alto forno, borracha, serragem de madeira, lodo de efluentes do petróleo, resíduo de celulose, rejeitos de mineração, entre outros (RAUT; RALEGAONKAR; MANDAVGANE, 2011). Estes materiais residuais, antes de serem incorporados na massa cerâmica, devem ser devidamente caracterizados para que os efeitos provocados nas peças finais possam ser explicados. Além disso, deve-se estudar o teor adequado de adição, para que os requisitos exigidos pelas normatizações vigentes sejam plenamente atendidos.

Roy, Adhikari e Gupta (2007) investigaram o uso de rejeitos da mineração de ouro na fabricação de blocos cerâmicos, queimados sob as temperaturas de 750°C, 850°C e 950°C. Os resultados mostraram que os blocos com 65%, 75%, 50% e 45% de rejeito, usando os solos denominados como A, B, C e D, respectivamente, atenderam aos critérios estabelecidos para a resistência à compressão (3,5 MPa), absorção d'água (20%) e retração linear ($\pm 3\%$), além de serem mais econômicos em comparação aos blocos convencionais. Pérez-Villarejo et al. (2012) estudaram a fabricação de peças cerâmicas a partir de misturas de argila com “lama vermelha”, proveniente da produção de alumínio. Os autores observaram que, com a adição do resíduo, as propriedades

físicas e mecânicas foram melhoradas. Este comportamento ocorreu, possivelmente, devido a uma maior formação da fase vítrea. O teor ótimo de lama vermelha e temperatura de queima sugeridos foram 50% e 950°C, respectivamente.

Diante dos resultados supracitados, tem-se a hipótese de que o rejeito de mineração do ferro também possa contribuir para o processo de fabricação de peças cerâmicas. Portanto, o intuito da presente pesquisa foi estudar a formulação de uma massa cerâmica com a adição do rejeito, visando à produção de blocos cerâmicos de vedação. Por meio da aplicação do planejamento experimental de misturas como ferramenta estatística, buscou-se determinar a composição que, simultaneamente, atendesse aos critérios técnicos definidos pelas normatizações vigentes e incorporasse o maior teor de rejeito possível. Blocos em tamanho reduzido foram produzidos e caracterizados física, mecânica e ambientalmente, comprovando a qualidade técnica do produto e a viabilidade desta alternativa do ponto de vista da sustentabilidade.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar o potencial de aplicação do rejeito de minério de ferro como matéria prima na produção de blocos cerâmicos para vedação, em combinação com outros dois materiais argilosos (denominados como “argila cinza” e “argila amarela”).

Os objetivos específicos são listados abaixo:

- i. Obter a caracterização física, química, mineralógica e morfológica do rejeito de minério de ferro e dos materiais argilosos utilizados para compor as massas cerâmicas;
- ii. Obter as propriedades físico-mecânicas das misturas: densidade aparente no estado seco e pós-queima, retração linear na queima, absorção d'água, porosidade aparente e resistência à compressão axial;
- iii. Identificar a mistura ótima, visando à incorporação do maior teor de rejeito possível e, simultaneamente, atendendo às especificações técnicas para as propriedades absorção d'água e resistência à compressão axial;
- iv. Obter os parâmetros de periculosidade ambiental dos blocos produzidos a partir da composição ótima, por meio dos ensaios de lixiviação e solubilização, em comparação com os de blocos comerciais.

3. JUSTIFICATIVA

A indústria de mineração do ferro, especialmente no Brasil, produz elevadas quantidades de rejeitos, que normalmente são alocadas em barragens de armazenamento. Essa forma de disposição, além de ser onerosa do ponto de vista econômico, oferece muitos riscos à segurança quando não são devidamente monitoradas. O rompimento de barragens de rejeito pode provocar incontáveis danos sociais, ambientais e econômicos (ADIANSYAH et al., 2015; KOSSOFF et al., 2014; RICO et al., 2008). A proposta de incorporação desse rejeito em novos produtos pode contribuir, portanto, para a redução de gastos e riscos, bem como para o desenvolvimento sustentável.

No acidente em questão, descrito anteriormente, milhões de metros cúbicos de rejeito foram liberados, e grande parte do material retirado das áreas atingidas foi alocada em aterros. Mesmo não sendo tóxico, este deve ser tratado de modo consciente e ecologicamente correto, uma vez que pode prejudicar a fauna e a flora local. De acordo com a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), instituída pela lei federal nº 12.305/10, a disposição final de resíduos no meio ambiente deve ser adotada somente em último caso.

Do ponto de vista técnico, o rejeito proveniente do beneficiamento do minério de ferro constitui um agregado potencial para ser aplicado como matéria prima em componentes da construção (YELLISHETTY et al., 2008). Em relação à incorporação em produtos de cerâmica vermelha, sabe-se que o rejeito possui partículas de tamanhos e formatos que permitem a sua adição em substituição parcial à argila na massa cerâmica. Este pode ser aplicado como redutor de plasticidade e de retração após a queima, contribuindo para um melhor controle dimensional das peças finais.

Considerando a grande geração de rejeito de minério de ferro, a sua aplicação na indústria cerâmica configura uma alternativa promissora, uma vez que este setor é capaz de absorver quantidades significativas de resíduos em sua cadeia produtiva (VELASCO et al., 2014). Em relação à ruptura da Barragem de Fundão, estima-se que 19 milhões de toneladas de materiais sólidos foram liberados no ambiente. Segundo dados da Anicer (2018), são consumidas cerca de 7,8 milhões de toneladas de argila, por mês, para a produção de 4 bilhões de blocos e/ou tijolos cerâmicos. Confrontando esses valores, nota-se que todo o material liberado poderia ser consumido pela indústria cerâmica em questão de meses. Mesmo no caso de substituição parcial das matérias primas, a

quantidade de rejeito que pode ser reaproveitada é elevada em comparação a outras formas de reciclagem.

Por outro lado, tem-se a diminuição do consumo de recursos naturais (materiais argilosos) por parte das indústrias de cerâmica vermelha, o que contribui para a conservação das fontes naturais de argila. Atualmente, o Brasil possui cerca de 3,7 bilhões de toneladas em reservas de argila comum. Considerando o consumo atual, as jazidas se esgotarão em vinte anos, período relativamente curto (MONTEIRO; VIEIRA, 2014). A exploração de argila também provoca degradação ambiental, devido à poluição do ar e a não recuperação das áreas de minas após as operações de extração (SHAKIR; MOHAMMED, 2013). O uso de resíduos, portanto, favorece a preservação dos solos naturais e proteção do meio ambiente.

A adição do rejeito em materiais cerâmicos também apresenta vantagens socioeconômicas, uma vez que torna o rejeito um elemento positivo na geração de renda e trabalho (CHAVES, 2009). Além disso, pode trazer economia aos ceramistas por se tratar de uma matéria prima com baixo custo agregado, desde que a distância entre a fábrica e o local de armazenamento do rejeito seja justificável. Consequentemente, pode-se reduzir o custo dos produtos fabricados, o que beneficia, sobretudo, os consumidores de menor renda. O bloco cerâmico proposto poderia, ainda, ser fabricado em escala industrial e destinado às famílias que perderam suas casas em decorrência do acidente.

4. ESTRUTURAÇÃO DO TRABALHO

A dissertação está dividida em quatro seções, descritas a seguir:

- *Introdução geral* – apresenta as considerações iniciais necessárias para o entendimento e contextualização deste trabalho; seus objetivos gerais e específicos; as justificativas para o desenvolvimento do presente estudo, ressaltando a sua relevância no âmbito da engenharia civil; e a estruturação da dissertação.
- *Artigo 1: Aplicação do delineamento experimental de misturas na avaliação de blocos cerâmicos de vedação, contendo rejeito de minério de ferro* – o intuito deste trabalho foi estudar o reaproveitamento do rejeito de minério de ferro na indústria cerâmica vermelha. Aplicou-se a metodologia do planejamento experimental de misturas em rede simplex, visando à obtenção de uma composição ótima com propriedades físicas

(retração linear na queima, absorção d'água, porosidade aparente e densidade aparente) e mecânicas (resistência à compressão axial) satisfatórias.

- *Artigo 2: Caracterização física, mecânica e ambiental de blocos cerâmicos de vedação produzidos a partir de rejeito de minério de ferro* – buscou-se avaliar as características físicas e mecânicas de blocos cerâmicos, produzidos a partir da mistura ótima definida no trabalho anterior. Realizou-se, ainda, a análise ambiental deste bloco e outro já comercializado, por meio dos ensaios de lixiviação e solubilização prescritos na normatização brasileira.
- *Conclusões Gerais* – nesta seção constam as considerações finais e as recomendações para trabalhos futuros.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADIANSYAH, J. S. et al. A framework for a sustainable approach to mine tailings management: disposal strategies. **Journal of Cleaner Production**, v. 108, p. 1050–1062, dez. 2015.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA CERÂMICA. **Dados do setor**. Disponível em: < <https://www.anicer.com.br/anicer/setor/>>. Acesso em: 22 out. 2018.

ARSENOVIĆ, M. et al. Factor space differentiation of brick clays according to mineral content: Prediction of final brick product quality. **Applied Clay Science**, v. 115, p. 108–114, out. 2015.

BARBA, A. **Materias Primas para la Fabricación de Soportes de Baldosas Cerámicas**. [s.l.]: ITC, 1997.

BERGAYA, F.; LAGALY, G. General Introduction: Clays, Clay Minerals, and Clay Science. In: **Developments in clay Science**. 1. ed. [s.l.]: Elsevier, 2006. p. 1–18.

CABRAL, M. et al. A indústria de cerâmica vermelha e o suprimento mineral no Brasil: Desafios para o aprimoramento da competitividade. **Cerâmica Industrial**, v. 17, n. 1, p. 36–42, 2012.

CELIK, H. Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry. **Applied Clay Science**, v. 50, n. 2, p. 245–254, out. 2010.

CHAVES, L. F. M. **Estudo da adição do resíduo proveniente da extração de minério de ferro em argilas do Rio Grande do Norte**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, p. 170. 2009.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. **Sumário Mineral 2015**. Brasília: DNPM, 2016.

EL FGAIER, F. et al. Effect of sorption capacity on thermo-mechanical properties of unfired

clay bricks. **Journal of Building Engineering**, v. 6, p. 86–92, jun. 2016.

ESCALERA, E. et al. High temperature phase evolution of Bolivian kaolinitic–illitic clays heated to 1250°C. **Applied Clay Science**, v. 101, p. 100–105, nov. 2014.

ESPÓSITO, T. D. J.; DUARTE, A. P. Classificação de barragens de contenção de rejeitos de mineração e de resíduos industriais em relação a fatores de risco. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 63, n. 2, p. 393–398, 2010.

ESPÓSITO, T. J. **Metodologia probabilística e observacional aplicada a barragens de rejeito construídas por aterro hidráulico**. Tese (Doutorado) – Universidade de Brasília. Brasília, p. 363, 2000.

IPT. **Rejeitos de mineração**. Disponível em: <http://www.ipt.br/noticias_interna.php?id_noticia=1043>. Acesso em: 23 jun. 2017.

KAMSEU, E. et al. Characterisation of porcelain compositions using two china clays from Cameroon. **Ceramics International**, v. 33, n. 5, p. 851–857, jul. 2007.

KOSSOFF, D. et al. Mine tailings dams: Characteristics, failure, environmental impacts, and remediation. **Applied Geochemistry**, v. 51, p. 229–245, dez. 2014.

LAHCEN, D. et al. Characteristics and ceramic properties of clayey materials from Amezmiz region (Western High Atlas, Morocco). **Applied Clay Science**, v. 102, p. 139–147, dez. 2014.

LI, C. et al. Innovative methodology for comprehensive utilization of iron ore tailings. **Journal of Hazardous Materials**, v. 174, n. 1–3, p. 71–77, fev. 2010.

MILHEIRO, F. A. C. et al. Densification behaviour of a red firing Brazilian kaolinitic clay. **Ceramics International**, v. 31, n. 5, p. 757–763, jan. 2005.

MONTEIRO, S. N. et al. Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. **Construction and Building Materials**, v. 22, n. 6, p. 1281–1287, jun. 2008.

MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. On the production of fired clay bricks from waste materials: A critical update. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 599–610, out. 2014.

NGUN, B. K. et al. Some ceramic properties of clays from central Cambodia. **Applied Clay Science**, v. 53, n. 1, p. 33–41, jul. 2011.

PÉREZ-VILLAREJO, L. et al. Manufacturing new ceramic materials from clay and red mud derived from the aluminium industry. **Construction and Building Materials**, v. 35, p. 656–665, out. 2012.

PINATTI, D. G. et al. Incorporation of the ash from cellulignin into vitrified ceramic tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 26, n. 3, p. 305–310, jan. 2006.

RAUT, S. P.; RALEGAONKAR, R. V.; MANDAVGANE, S. A. Development of sustainable construction material using industrial and agricultural solid waste: A review of waste-create bricks. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 10, p. 4037–4042, out. 2011.

RICO, M. et al. Reported tailings dam failures. **Journal of Hazardous Materials**, v. 152, n. 2, p. 846–852, abr. 2008.

ROY, S.; ADHIKARI, G. R.; GUPTA, R. N. Use of gold mill tailings in making bricks: a feasibility study. **Waste Management & Research**, v. 25, n. 5, p. 475–482, 2 out. 2007.

SHAKIR, A. A.; MOHAMMED, A. A. Manufacturing of bricks in the past, in the present and in the future: A state of the art review. **International Journal of Advances in Applied Sciences**, v. 2, n. 3, p. 145–156, 2013.

SULTANA, M. S. et al. Utilization of hard rock dust with red clay to produce roof tiles. **Journal of Asian Ceramic Societies**, v. 3, n. 1, p. 22–26, 20 mar. 2015.

VELASCO, P. M. et al. Fired clay bricks made by adding wastes: Assessment of the impact on physical, mechanical and thermal properties. **Construction and Building Materials**, v. 125, p. 241–252, out. 2016.

VELASCO, P. M. et al. Fired clay bricks manufactured by adding wastes as sustainable construction material – A review. **Construction and Building Materials**, v. 63, p. 97–107, jul. 2014.

VIEIRA, C. M. F. et al. Incorporation of fine steel sludge waste into red ceramic. **Materials Science and Engineering: A**, v. 427, n. 1–2, p. 142–147, jul. 2006.

VIEIRA, C. M. F. et al. Incorporation of granite waste in red ceramics. **Materials Science and Engineering: A**, v. 373, n. 1–2, p. 115–121, mai. 2004.

YELLISHETTY, M. et al. Reuse of iron ore mineral wastes in civil engineering constructions: A case study. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 52, n. 11, p. 1283–1289, set. 2008.

ZHANG, L. Production of bricks from waste materials – A review. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 643–655, out. 2013.

ARTIGO 1.

APLICAÇÃO DO DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DE MISTURAS NA AVALIAÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS DE VEDAÇÃO, CONTENDO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO

Resumo:

A elevada produção de minério de ferro no Brasil conduz, necessariamente, a uma alta geração de rejeitos provenientes da etapa de beneficiamento. O armazenamento deste resíduo em barragens está associado não somente a problemas ambientais, mas também aos riscos que oferece à segurança da população. O intuito da presente pesquisa foi estudar uma nova alternativa para o reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, aplicando-o na indústria da cerâmica vermelha. Para tal, desenvolveu-se um planejamento experimental de misturas em rede simplex, utilizando três componentes: o rejeito e dois materiais argilosos. As matérias primas foram submetidas à caracterização física, química, mineralógica e morfológica. Posteriormente, as misturas obtidas por meio do planejamento experimental foram preparadas, e exemplares cilíndricos foram conformados por prensagem uniaxial. Após serem submetidos à queima a 850°C, 950°C e 1050°C, os corpos de prova foram caracterizados quanto à retração linear na queima, densidade aparente, porosidade aparente, absorção d'água e resistência à compressão axial. Os resultados obtidos mostram que o rejeito de minério de ferro pode ser considerado um material não plástico, rico em sílica e óxido de ferro. A sua incorporação nas massas cerâmicas contribuiu para a redução da retração linear na queima e da resistência mecânica, e aumento da porosidade aparente e absorção d'água. O planejamento experimental de misturas, associado à função desejabilidade, permitiram a obtenção de uma composição contendo 29,1% (em massa) de rejeito e que atendeu aos critérios normativos (nacional e internacional). A pesquisa mostrou a viabilidade da produção de blocos cerâmicos de vedação com qualidade técnica, a partir da incorporação de um teor considerável de rejeito de minério de ferro. Essa proposta apresenta vantagens do ponto de vista ambiental, econômico, social e técnico, contribuindo para a sustentabilidade no setor industrial, bem como na construção civil.

1. INTRODUÇÃO

O grande crescimento econômico e as demandas cada vez mais sofisticadas do mundo desenvolvido conduziram a um maior consumo de minerais e metais. Dessa forma, a indústria da mineração tem crescido consideravelmente, uma vez que esta é a principal fonte de metais e minerais (RANÄNGEN; LINDMAN, 2017). Essa atividade industrial possui grande relevância econômica e social, devido à geração de empregos e renda. Por outro lado, causa sérios impactos ambientais relacionados à extração de recursos naturais e contaminação da água, ar e da terra por resíduos, resultantes dos processos de extração e processamento, que não foram descartados ou armazenados de maneira correta (MORAN et al., 2014; TOST et al., 2018).

Essas e outras questões têm levado a indústria de mineração a identificar os principais desafios e possíveis estratégias para se alcançar o desenvolvimento sustentável proposto nas últimas décadas (AZAPAGIC, 2004). Nesse sentido, as indústrias estão adotando modelos de produção “fechados”, nos quais os resíduos obtidos são convertidos em materiais com valor agregado para serem aplicados como novos recursos (CORONADO; SEGADÃES; ANDRÉS, 2014). Esta solução é benéfica sobretudo para o campo da construção civil, visto que o encontro de fontes sustentáveis de matérias-primas para o setor tornou-se um tópico de grande importância (ZHAO; FAN; SUN, 2014). Do ponto de vista tecnológico, a possibilidade de reutilização de um resíduo depende das qualidades desejadas para o produto final no qual este é aplicado (CORONADO; SEGADÃES; ANDRÉS, 2014).

Pesquisas anteriores acerca da incorporação de rejeito de minério de ferro em materiais de construção têm demonstrado a viabilidade técnica do uso deste material na fabricação de produtos com qualidade satisfatória. Cai et al. (2016), Cheng et al. (2016), Ma et al. (2016) e Wang et al. (2016) investigaram o efeito da adição de rejeito de minério de ferro nas características mecânicas e de hidratação de concretos. Carrasco et al. (2017) e Fontes et al. (2016) avaliaram a possibilidade de aplicação do rejeito como substituição do agregado miúdo em argamassas. Já Xiong et al. (2017) pesquisaram sobre o uso do material como uma forma de melhorar a resistência ao ataque de sulfatos de pastas à base de cimento.

O rejeito de minério de ferro também apresenta potencial para ser aplicado na produção de corpos cerâmicos, conforme demonstrado por estudos (CHEN et al., 2011; DAS; KUMAR; RAMACHANDRARAO, 2000; DU et al., 2012; YANG et al., 2014; YAO et al., 2015). As matérias primas comumente empregadas na indústria cerâmica vermelha são as argilas (materiais argilosos). Estas são compostas basicamente por silicatos hidratados de alumínio, e podem conter ainda óxidos alcalinos e alcalinos terrosos, quartzo, feldspatos e óxidos de ferro e alumínio. O rejeito de minério de ferro, constituído essencialmente por sílica e óxidos de ferro, apresenta, portanto, partículas de tamanhos e formatos semelhantes, o que permite a adição deste em substituição parcial da argila em massas cerâmicas (SILVA et al., 2014). Além disso, o material pode ser aplicado como um redutor de plasticidade, melhorando a trabalhabilidade de massas cerâmicas muito plásticas e diminuindo a retração após a secagem e queima (VIEIRA; MONTEIRO, 2007). Não obstante, ressalta-se que a incorporação deve ser avaliada tanto do ponto de vista científico – a afinidade do resíduo com as argilas e as contribuições ao processo de sinterização – quanto do tecnológico, na identificação das

porcentagens ótimas e as vantagens que o rejeito pode conferir ao produto resultante (SOUZA, 2007).

No que se refere à produção de peças cerâmicas, os teores de cada matéria prima e as condições de processamento são fatores que determinam as propriedades finais avaliadas. Quando as variáveis do processo são mantidas constantes, estas propriedades são influenciadas somente pela proporção dos componentes na mistura. Essa é a premissa básica do planejamento experimental de misturas, que consiste em um conjunto de técnicas estatísticas e matemáticas que podem ser utilizadas para a otimização de produtos já existentes ou o desenvolvimento de novos produtos (CORREIA et al., 2006; CORREIA; HOTZA; SEGADÃES, 2008).

Para o desenvolvimento desta metodologia, primeiramente deve-se selecionar as misturas adequadas para o cálculo da função polinomial, representada graficamente por uma superfície de resposta que descreve a característica estudada; de posse desta equação, pode-se obter o valor da propriedade para qualquer composição, de acordo com a mudança das proporções dos componentes (CORREIA; HOTZA; SEGADÃES, 2004).

Por meio do planejamento experimental de misturas a otimização dos teores de matérias primas, bem como o comportamento da peça cerâmica após a queima, podem ser preditos com um número mínimo de experimentos. É possível, ainda, evidenciar os efeitos das interações entre as variáveis. A metodologia apresenta grande eficiência e confiança nos resultados obtidos, demandando menos tempo e recursos – materiais e humano (MENEZES et al., 2008).

Diante dessas vantagens, esse procedimento de análise tem sido largamente aplicado em várias áreas, inclusive no processamento de cerâmicas. Correia et al. (2009) e Guzmán et al. (2016) aplicaram o planejamento experimental de misturas para a otimização do teor de resíduos industriais – rejeitos de ferro esmaltado e cinzas de palha de arroz, respectivamente - para obtenção de porcelanas com propriedades específicas, de modo a atender as normatizações vigentes. No entanto, pouco se tem estudado sobre a utilização da metodologia na formulação de massas cerâmicas com incorporação de rejeito de minério de ferro, visando ao desenvolvimento de um novo bloco cerâmico. Embora a teoria do planejamento experimental de misturas não tenha qualquer relação direta com a ciência dos materiais, a sua capacidade de definir e diferenciar os sinergismos e antagonismos entre as variáveis é muito útil para explorar a reciclagem de resíduos na indústria cerâmica vermelha (CORONADO; SEGADÃES; ANDRÉS, 2014).

O objetivo da presente pesquisa foi avaliar os efeitos da adição de rejeito de minério de ferro em massas cerâmicas para blocos de vedação, uma vez que essa é uma boa opção do ponto de vista econômico e ambiental. O planejamento experimental de misturas em rede simplex foi aplicado, de modo que as variáveis de entrada foram as proporções das três matérias primas empregadas: duas argilas utilizadas na indústria cerâmica vermelha e o rejeito, coletado no município de Barra Longa (MG). As variáveis-respostas foram as propriedades de retração linear na queima, absorção d'água, porosidade aparente, densidade aparente e resistência à compressão axial. Investigou-se as relações entre mineralogia, composição química e características tecnológicas das peças cerâmicas queimadas. Após a análise estatística, determinou-se a mistura ótima, ou seja, a que melhor atendeu às especificações brasileiras e internacionais para a fabricação do produto final.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Coleta e caracterização das matérias primas

Para o desenvolvimento dessa pesquisa, foram utilizados o rejeito de minério de ferro e dois tipos de solos, denominados como argila amarela e argila cinza. O rejeito foi coletado em um aterro a céu aberto, localizado no município de Barra Longa, MG (coordenadas 20°17'15,324"S, 43°4'12,72"O). Já os materiais argilosos foram fornecidos por uma indústria de cerâmica vermelha situada no município de Visconde do Rio Branco, MG. Na Figura 1.1 são mostrados os três materiais.

Figura 1.1 – Matérias primas utilizadas no desenvolvimento dos blocos cerâmicos.



Fonte: O autor.

Após a coleta e transporte para o Laboratório de Materiais de Construção da Universidade Federal de Viçosa, as matérias primas foram expostas para secagem ao ar e destorroadas. Posteriormente, procedeu-se ao peneiramento utilizando a peneira ASTM 50 mesh (abertura de 0,300 mm). Então, uma amostra de cada material foi

retirada para a realização dos ensaios de caracterização física, química, morfológica e mineralógica.

Para a caracterização física, determinou-se a curva de distribuição granulométrica de acordo com as prescrições da NBR 7181 (ABNT, 2016), seguindo as etapas de peneiramento fino e sedimentação das partículas inferiores a 2 mm; a massa específica dos grãos, segundo a NBR 6508 (ABNT, 1984); e os limites de Atterberg, por meio do método de Casagrande, com base nas normas NBR 6459 (ABNT, 2016b) e NBR 7180 (ABNT, 2016c).

Os materiais foram quimicamente caracterizados por meio da técnica de fluorescência de raios X (FRX), através do equipamento *Shimadzu EDS-720*, sendo obtidos os óxidos que compõem as amostras. Para a caracterização morfológica, utilizou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o auxílio do equipamento *Leo 1430VP* e metalização em ouro.

A determinação da composição mineralógica das frações argila, silte e areia de cada material foi realizada por meio da difratometria de raios X (DRX), utilizando o difratômetro *X'Pert Pro MPD* com radiação $\text{Co-K}\alpha$ ($\lambda = 1,789\text{\AA}$), com o ângulo 2θ variando de 3° a 70° . O comportamento térmico das matérias primas foi avaliado através das análises termogravimétrica e termo-diferencial (DTA/TG), com o auxílio do equipamento *Shimadzu DTG-60H*. Cada amostra foi aquecida de 25°C até 1100°C , com uma taxa de aquecimento constante igual a $10^\circ\text{C}/\text{min}$ em atmosfera de nitrogênio.

2.2. Modelo experimental

No intuito de melhor avaliar a influência do rejeito de minério de ferro nas propriedades de corpos cerâmicos e determinar a mistura ideal que atenda aos requisitos normativos, optou-se pela utilização de um planejamento experimental de misturas em rede simplex. Esse método estatístico foi desenvolvido na década de 1950 por Henry Scheffé (SCHEFFÉ, 1958), e se aplica a sistemas que envolvem composição. Sua aplicação baseia-se nas proporções de cada componente (seja em peso, volume, etc.), cuja soma deve ser igual a uma unidade. De acordo com o número de componentes, uma área é delimitada e explorada por meio de pontos (ou misturas), que correspondem a um arranjo ordenado – rede (GORMAN; HINMAN, 1962).

Por meio da utilização desta técnica, modelos matemáticos foram ajustados para a obtenção de superfícies de respostas, sendo possível definir a relação entre as variáveis de controle (ou independentes) e as variáveis de resposta do processo

utilizando um número reduzido de experimentos (ALEXANDRE et al., 2001; SUTCU et al., 2014).

O planejamento experimental foi composto pelos três materiais já mencionados anteriormente: o rejeito de minério de ferro (RMF), a argila cinza (AC) e a argila amarela (AA), sendo estas as variáveis independentes. As proporções dos componentes são dependentes entre si, de modo que a soma dos teores, em cada mistura, deve ser igual a 1. A representação gráfica é baseada em triângulos, sendo que cada vértice corresponde à porcentagem máxima de determinado componente.

A partir de testes preliminares feitos com o rejeito de minério de ferro associado a outro material argiloso (MENDES et al., 2019), verificou-se que a incorporação de teores acima de 40% do resíduo não seria viável do ponto de vista técnico. Sendo assim, as faixas de variação definidas para os componentes foram de 0 a 40% para o rejeito, e 30% a 70% para as argilas, configurando um triângulo de misturas com restrições (dado em termos de pseudocomponentes). Definiu-se que a quantidade de água necessária para a conformação dos corpos de prova seria a mesma para todas as misturas, igual a 10%. Este valor foi adotado com base nos resultados obtidos por Pedroti et al. (2011), que estudaram a influência da umidade na resistência de peças cerâmicas conformadas por prensagem.

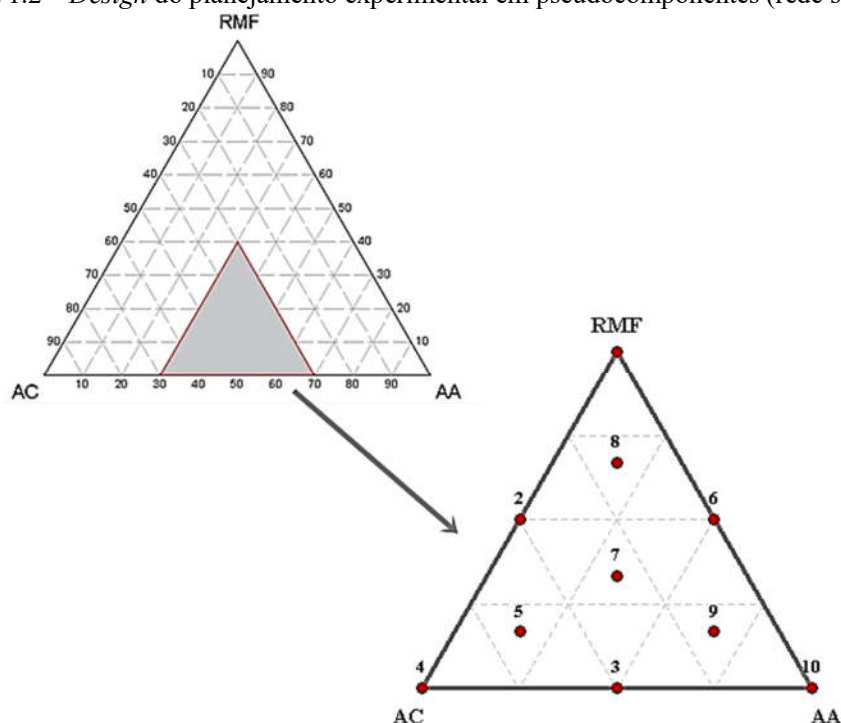
Para a definição das misturas, utilizou-se o delineamento experimental em centroide simples de grau três (modelo cúbico). Tal modelo foi escolhido em virtude do número de componentes e para que o efeito da interação ternária pudesse ser analisado. Dessa forma, as superfícies de respostas obtidas ao final da análise estatística foram expressas por equações polinomiais de grau até três. Para possibilitar o cálculo das superfícies de resposta nestas condições, foram necessários dez pontos (ou misturas) no triângulo definido – seis localizados nos vértices e pontos médios das arestas, e quatro no seu interior.

Na Tabela 1.1 são mostradas as composições de cada mistura definida, e na Figura 1.2 é apresentado o design do planejamento experimental aplicado a um triângulo restrito de pseudocomponentes, ambos gerados através do software estatístico *Minitab*® 17. Neste triângulo são indicados os pontos correspondentes às dez misturas.

Tabela 1.1 – Composições das misturas definidas no planejamento experimental.

Mistura	Rejeito (RMF)	Argila Cinza (AC)	Argila Amarela (AA)
M1	0,40	0,30	0,30
M2	0,20	0,50	0,30
M3	0,00	0,50	0,50
M4	0,00	0,70	0,30
M5	0,067	0,567	0,367
M6	0,20	0,30	0,50
M7	0,133	0,433	0,433
M8	0,267	0,367	0,367
M9	0,067	0,367	0,567
M10	0,00	0,30	0,70

Figura 1.2 – Design do planejamento experimental em pseudocomponentes (rede simplex).



Fonte: O autor.

2.3. Produção e caracterização dos corpos de prova cerâmicos

Após a definição das misturas, estas foram preparadas de acordo com as devidas proporções de cada material – rejeito, argila cinza e argila amarela. Em seguida, retirou-se uma amostra de cada mistura para a determinação dos limites de Atterberg. Isso permitiu a classificação das misturas como adequadas ou não para o processo de extrusão, por meio do gráfico de prognóstico de extrusão.

As misturas foram submetidas à secagem em estufa, sob temperatura de $105 \pm 5^\circ\text{C}$ e por um período de 24 horas, para a perda da umidade presente. Posteriormente,

estas foram retiradas da estufa e adicionou-se a quantidade de água de acordo com o teor de umidade previamente definido, igual a 10%. Após a homogeneização, iniciou-se a produção dos corpos de prova. Estes foram conformados por prensagem uniaxial através de uma prensa hidráulica da marca *Nowak*. Adotou-se formato cilíndrico com dimensões aproximadas de (3,0 x 5,0) cm (diâmetro x altura), para que a resistência à compressão axial pudesse ser avaliada, o que também foi feito nos trabalhos desenvolvidos por Sutcu et al. (2015) e Ukwatta e Mohajerani (2017). Segundo Baumann e Keller (1975) e Kulokas, Kazys e Mazeika (2011), a densidade dos exemplares no estado verde está intimamente relacionada à qualidade do produto final, em especial à resistência mecânica desenvolvida após a queima. Dessa forma, o ideal é que os corpos cerâmicos, após a conformação, apresentem densidade aparente na faixa de 1,8 a 2,1 g/cm³. Para manter este intervalo, aplicou-se carga de prensagem variável, entre 3 e 5 tf (40-70 MPa).

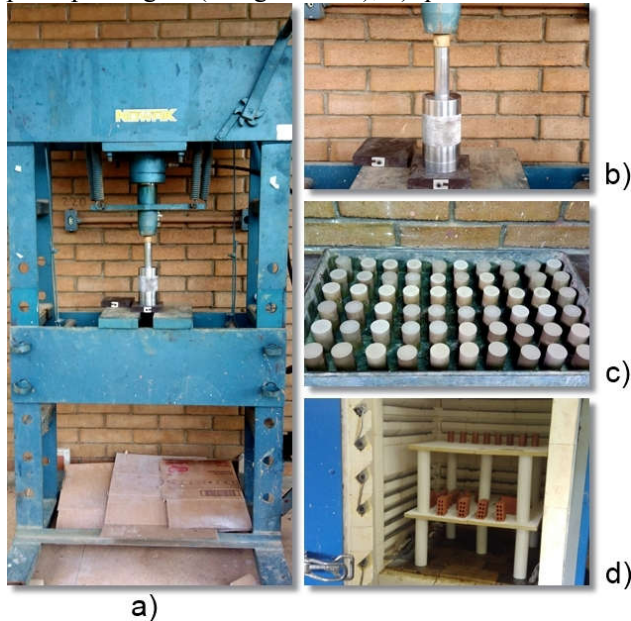
Posteriormente à prensagem, os exemplares foram secos em temperatura ambiente por 48 horas e em seguida levados para secagem em estufa, a $105 \pm 5^\circ\text{C}$. Sob esta temperatura, boa parte da água adicionada na etapa de preparação é evaporada. Após 24h, os corpos de prova foram retirados para pesagem e medição das dimensões no estado seco, a fim de se determinar a propriedade de densidade aparente a seco.

Procedeu-se à etapa de queima, realizada no forno laboratorial da marca *LINN*, modelo *Elektro Term*. Foram adotadas três temperaturas de queima: 850°C , 950°C e 1050°C , para melhor avaliar o efeito da temperatura nas misturas. A taxa de aquecimento foi de $4^\circ\text{C}/\text{min}$, sendo que a temperatura foi mantida constante por 2 horas a 600°C e por 3 horas no valor máximo. O primeiro patamar é necessário para garantir a desidroxilação da estrutura reticular, ou seja, a perda da água de constituição que ocorre entre 550°C e 600°C (BHATNAGAR; GOEL, 2002). Adotou-se o intervalo de 3 horas sob a temperatura de pico porque, segundo Hajjaji, Kacim e Boulmane (2002), a retração linear é praticamente constante para esta duração. Além disso, garante-se que o interior do corpo de prova atinja a temperatura desejada. Na Figura 1.3 são mostradas algumas imagens correspondentes às etapas de produção e queima dos espécimes.

Os corpos de prova queimados foram caracterizados quanto à: retração linear na queima, sendo medidas as dimensões nos estados queimado e seco por meio de um escalímetro digital (precisão 0,01 mm); absorção d'água, de acordo com as prescrições da NBR 15270-2 (ABNT, 2017) para imersão em água fria; porosidade aparente, com o auxílio de balança hidrostática para obtenção da massa imersa; densidade aparente; e resistência à compressão axial, utilizando prensa *Marshall*. Na Tabela 1.2 são

apresentadas as equações utilizadas para os cálculos das propriedades supracitadas. Na Figura 1.4 são demonstrados os ensaios de determinação da absorção d'água e resistência à compressão.

Figura 1.3 – Produção e queima dos exemplares: a) prensagem; b) molde cilíndrico; c) corpos de prova após a prensagem (secagem ao ar); d) queima em forno laboratorial.



Fonte: O autor.

Tabela 1.2 – Equações utilizadas para a determinação das propriedades dos exemplares após a queima.

Propriedade	Equação
Retração linear na queima	$R(\%) = \frac{h_s - h_q}{h_s} \times 100$
Absorção d'água	$A(\%) = \frac{m_{sss} - m_s}{m_s} \times 100$
Porosidade aparente	$P(\%) = \frac{m_{sss} - m_s}{m_{sss} - m_i} \times 100$
Densidade aparente	$d(g/cm^3) = \frac{m_s}{V}$
Resistência à compressão axial	$\sigma(MPa) = \frac{P}{A}$

Sendo:

h_q a altura do corpo de prova após a queima;

h_s a altura do corpo de prova no estado seco;

m_{sss} a massa do corpo de prova no estado saturado superfície seca;

m_s a massa do corpo de prova no estado seco (pós queima);

m_i a massa do corpo de prova imerso em água;

V o volume do corpo de prova seco;

P a força aplicada até a ruptura do exemplar;

A a área da seção transversal do exemplar submetido à ruptura.

Figura 1.4 – Caracterização dos exemplares: a) imersão em água fria para determinação da absorção de água e porosidade aparente; b) ensaio de determinação da resistência à compressão axial.



Fonte: O autor.

Análises microscópicas das superfícies de ruptura foram realizadas nos exemplares das misturas M1, M4, M7 e M10. Essas misturas estão localizadas nos vértices e centro do delineamento estatístico adotado, e foram escolhidas com o intuito de se avaliar as alterações microestruturais causadas pelos componentes e pelo efeito da temperatura. Utilizou-se as técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV), com auxílio dos equipamentos *Microscope Cooling Tech* e *Leo 1430VP*, respectivamente.

2.4. Análise estatística

De posse dos resultados obtidos para os parâmetros retração linear na queima, absorção d'água, porosidade aparente, densidade aparente e resistência à compressão axial, realizou-se a análise estatística. A análise consistiu no ajuste dos dados experimentais a modelos matemáticos polinomiais, de acordo com a significância (α) adotada. Definiu-se α igual a 10% em virtude da natureza dos dados obtidos, sujeitos a grande variabilidade. Dessa forma, o nível de confiança das expressões calculadas é igual a 90% (p -valor = 0,10). Determinou-se, ainda, o coeficiente de determinação das equações (R^2), que permitiu verificar o ajuste do modelo.

A determinação das regiões ótimas para as propriedades de absorção d'água e resistência à compressão axial foi feita através da função estatística desejabilidade. Essa

função consiste na conversão de variáveis de resposta estimadas em funções de desejabilidade individuais. Então, por meio de uma média geométrica, estas são agregadas em uma única função desejabilidade, cujos valores variam de 0 a 1 (COSTA; LOURENÇO; PEREIRA, 2011). Quanto mais próximo de zero, menos atendidos são os critérios estipulados. Se a desejabilidade é igual a 1, significa que todos os critérios definidos são satisfeitos.

Os valores especificados pela ASTM C62 (ASTM, 2008), que foram adotados como limites, são de 22% (máximo) e 17,2 MPa (mínimo) para absorção d'água e resistência à compressão axial, respectivamente. Optou-se por não utilizar o valor de resistência mínima à compressão igual a 1,5 MPa, estabelecido pela NBR 15270-1 (ABNT, 2017b), porque este se refere à resistência de blocos vazados, calculada em relação à área bruta. O planejamento experimental, por sua vez, desenvolveu-se com a produção de exemplares maciços, cujo comportamento mecânico é distinto e, portanto, não deve ser comparado ao dos blocos furados em tamanho convencional. Foi selecionado, então, o valor de 17,2 MPa especificado pela ASTM C62 (ASTM, 2008) para blocos maciços. Em relação ao limite de absorção d'água, a NBR 15270-1 (ABNT, 2017b) especifica 25% como máximo permitido. Conseqüentemente, ao considerar o limite de 22%, a prescrição da norma brasileira também será atendida.

Todas essas análises estatísticas foram feitas no software *Minitab*® 17.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

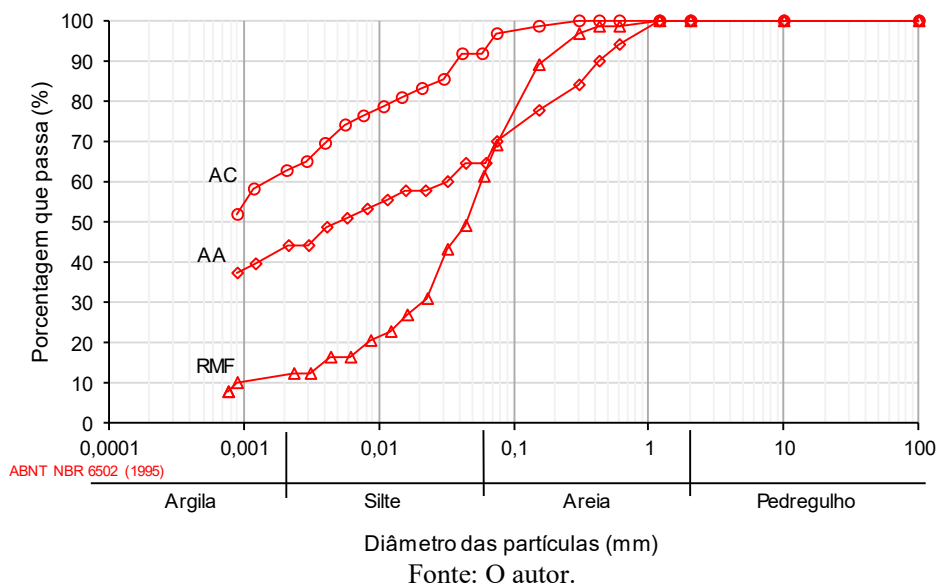
3.1. Caracterização das matérias-primas

As curvas de distribuição granulométrica das matérias primas utilizadas na presente pesquisa são mostradas na Figura 1.5. Na Tabela 1.3 são apresentados os teores correspondentes às frações granulométricas - argila, silte e areia.

Tabela 1.3 – Frações granulométricas presentes nas matérias primas.

Material	Argila (%)	Silte (%)	Areia fina (%)
Rejeito de minério de ferro (RMF)	11,90	49,50	38,60
Argila Cinza (AC)	62,40	30,10	7,50
Argila Amarela (AA)	43,60	20,80	35,60

Figura 1.5 – Curvas de distribuição granulométrica das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro.



Os resultados obtidos nos demais ensaios de caracterização física dos materiais argilosos e do rejeito de minério de ferro são mostrados na Tabela 1.4.

Tabela 1.4 – Características físicas das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro.

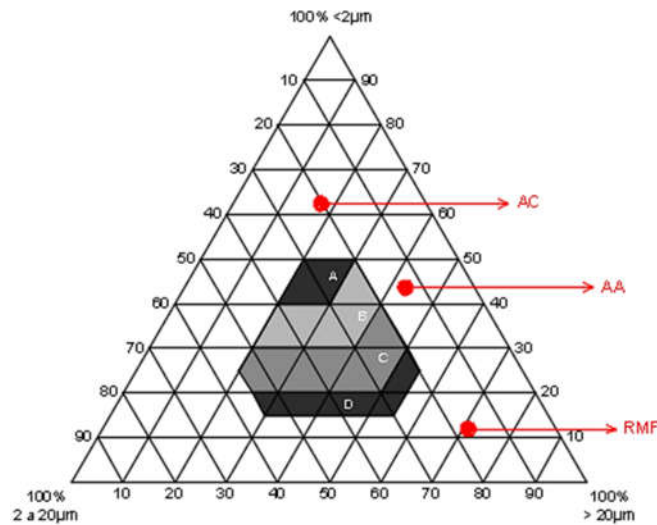
Material	Massa específica dos sólidos (g/cm ³)	Diâmetro médio (µm)	Limite de Liquidez (%)	Limite de Plasticidade (%)	Índice de Plasticidade (%)
Rejeito de minério de ferro	2,933	47	0*	0*	0*
Argila Cinza	2,609	< 1	60	44	16
Argila Amarela	2,748	1,8	56	35	21

Nota-se que o rejeito de minério de ferro é um material com alto teor de silte (49,50%) e uma considerável parcela de areia fina (38,60%), podendo ser classificado como um silte arenoso. Tal característica está relacionada à sua não-plasticidade, visto que a parcela de argila, responsável pela plasticidade do solo, é muito pequena (PRACIDELLI; MELCHIADES, 1997). Nos outros dois materiais, por sua vez, há a predominância da fração argila. A argila cinza apresenta alto teor de partículas com tamanho inferior a 2µm (62,40%). A argila amarela contém uma maior quantidade de grãos com tamanho superior a 2µm, apresentando uma fração de areia considerável (35,60%) e 43,60% de argila. Sabe-se que as partículas com tamanho <2µm desempenham um papel essencial na definição das propriedades de massas e suspensões (plasticidade e viscosidade) durante a secagem e queima (BOUSSEN et al., 2016).

A massa específica dos sólidos do rejeito de minério de ferro é superior à das argilas, provavelmente em virtude do maior teor de ferro e sílica presentes. As massas específicas dos materiais argilosos são compatíveis com as geralmente observadas para argilas ilíticas-cauliníticas (2,40 a 2,74 g/cm³) (BOUSSEN et al., 2016).

As duas argilas podem ser localizadas no Diagrama de Winkler (Figura 1.6), uma ferramenta clássica utilizada para avaliar a validade das características granulométricas de matérias primas para a produção de peças cerâmicas (DONDI; FABRI; GUARINI, 1998). Observa-se que nenhum dos três materiais estão localizados na zona C, considerada como a ideal para a produção de blocos cerâmicos furados. Portanto, a mistura dos três componentes pode resultar em composições granulométricas pertencentes (ou pelo menos próximas) a esta zona.

Figura 1.6 – Localização das argilas cinza e amarela e do rejeito de minério de ferro no Diagrama de Winkler.



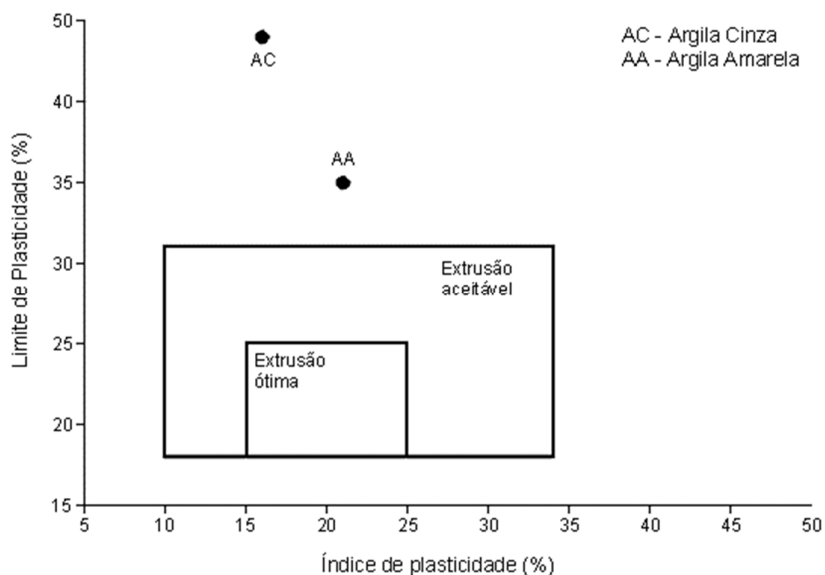
Fonte: O autor.

A adequação de materiais argilosos para a fabricação de produtos cerâmicos pode ser verificada por meio dos limites de consistência, ou limites de Atterberg. As duas argilas podem ser consideradas como muito plásticas, uma vez que os índices de plasticidade foram superiores a 15%. Os valores dos limites de liquidez foram 60% e 56% para as argilas cinza e amarela, respectivamente, os quais estão de acordo com a faixa definida na literatura (30% - 60%) para produção de cerâmica (BACCOUR et al., 2008). O limite de plasticidade está relacionado à umidade mínima necessária para que a condição plástica seja atingida. Observa-se que a argila cinza necessita de um teor superior (44%) ao da argila amarela (35%). Um limite de plasticidade alto indica maior

dificuldade de secagem dos corpos de prova, o que pode ocasionar problemas nas etapas de secagem e queima (CELIK, 2010).

A determinação dos limites de Atterberg permite que os materiais sejam classificados como apropriados ou não para o processo de extrusão, principal técnica adotada para a conformação de blocos cerâmicos, por meio do diagrama de prognóstico de extrusão (MARSIGLI; DONDI, 1997). Por meio do diagrama mostrado na Figura 1.7, baseado nos dados de plasticidade contidos na Tabela 1.4, é demonstrado que as duas argilas, puras, não apresentam condição satisfatória para extrusão em virtude da alta plasticidade. Isso justifica o uso de um material não-plástico, como o rejeito de minério de ferro, que melhore tal característica e proporcione uma extrusão aceitável.

Figura 1.7 – Localização das argilas cinza e amarela no diagrama de prognóstico de extrusão.



Fonte: O autor.

Os resultados da caracterização química, realizada por meio da técnica de fluorescência de raios X (FRX), são apresentados na Tabela 1.5. O rejeito de minério de ferro é composto basicamente por sílica, óxido de ferro e alumina com menores teores de óxido de cálcio, magnésio, potássio, titânio e fósforo. As argilas cinza e amarela são constituídas principalmente pelos compostos sílica e alumina, acompanhados por uma quantidade significativa de óxido de ferro, que no caso da argila amarela chega a 14,013%. O Fe_2O_3 é responsável por conferir a cor avermelhada aos corpos cerâmicos queimados (MAHMOUDI; SRASRA; ZARGOUNI, 2008). As argilas apresentam baixos teores de óxidos alcalinos e alcalinos terrosos (CaO , MgO e K_2O), que atuam como fundentes na massa cerâmica. O óxido de titânio, cujas porcentagens foram superiores em relação aos demais óxidos minoritários, é considerado um agente

nucleante que pode modificar a matriz vítrea e influenciar na cristalização de novas fases (BARBA, 1997; CELIK, 2010; SOUZA et al., 2011).

Tabela 1.5 – Composição química obtida por FRX das matérias primas.

Composição química (%)										
Material	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	P ₂ O ₅	Outros	PF*
Rejeito	63,091	7,169	25,792	0,280	0,201	0,122	0,319	0,392	0,256	2,279
Argila Cinza	44,293	32,531	4,624	1,921	0,443	0,086	0,265	0,369	0,257	15,211
Argila Amarela	43,902	27,737	12,387	1,965	0,407	0,434	0,724	0,440	0,398	11,606

* PF – Perda ao Fogo

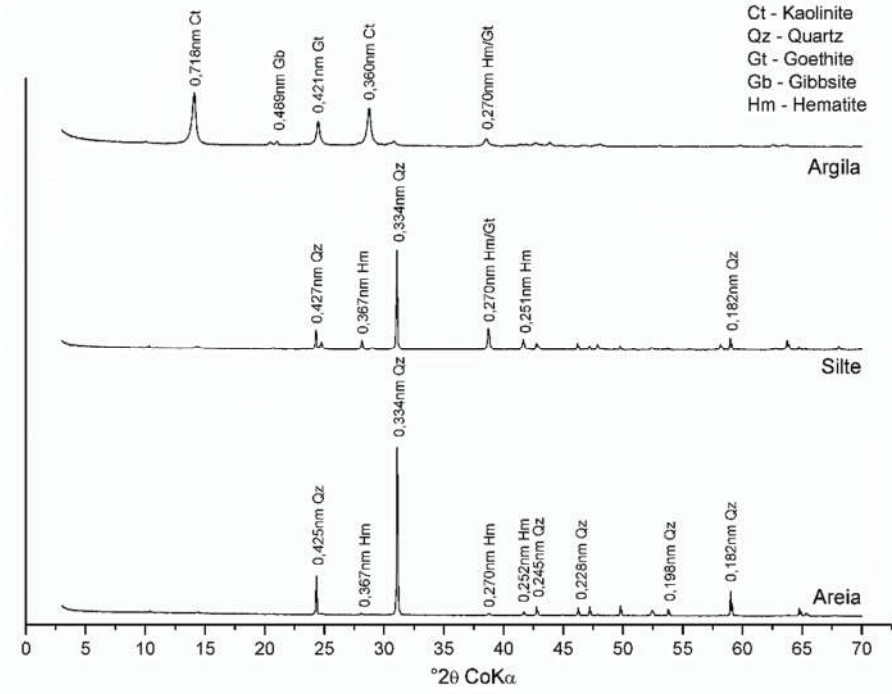
As relações entre os teores de sílica e alumina (SiO₂/Al₂O₃) para as argilas cinza e amarela são 1,361 e 1,582, respectivamente. Essa relação indica a quantidade de quartzo (sílica livre) presente nesses materiais. Observa-se que o teor de sílica livre é inferior na argila cinza, sugerindo uma maior presença de compostos formados pela combinação de SiO₂ e Al₂O₃, como os argilominerais.

A perda ao fogo do rejeito de minério de ferro é significativamente inferior em relação aos valores obtidos para as argilas, e está relacionada principalmente à combustão da matéria orgânica. Esse resultado, associado às características físicas, mineralógicas e térmicas do rejeito, indica que o mesmo pode ser considerado um material inerte. Os materiais argilosos, sobretudo a argila cinza, apresentam altas porcentagens de perda ao fogo, relacionadas principalmente à presença de uma elevada fração de argilominerais (VIEIRA et al., 2006).

Na Figura 1.8, 1.9 e 1.10 são apresentados os difratogramas obtidos para o rejeito de minério de ferro e as argilas. No padrão de DRX do rejeito de minério de ferro (Figura 1.8) são mostrados picos intensos de quartzo em $d = 4,25; 3,34; 2,45; 2,28; 1,98$ e $1,82 \text{ \AA}$ e hematita em $d = 3,69; 2,70$ e $2,52 \text{ \AA}$ na fração areia. Na fração silte, além do quartzo, constata-se a presença de goethita ($d = 2,70 \text{ \AA}$) e hematita ($d = 3,67; 2,70$ e $2,51 \text{ \AA}$). Na fração argila, por sua vez, tem-se as fases gibbsita ($d = 4,89 \text{ \AA}$), hematita ($d = 2,70 \text{ \AA}$), goethita ($d = 4,21$ e $2,70 \text{ \AA}$) e o argilomineral caulinita ($d = 7,28$ e $3,60 \text{ \AA}$). A existência de minerais como o quartzo e hematita influencia na baixa plasticidade do material.

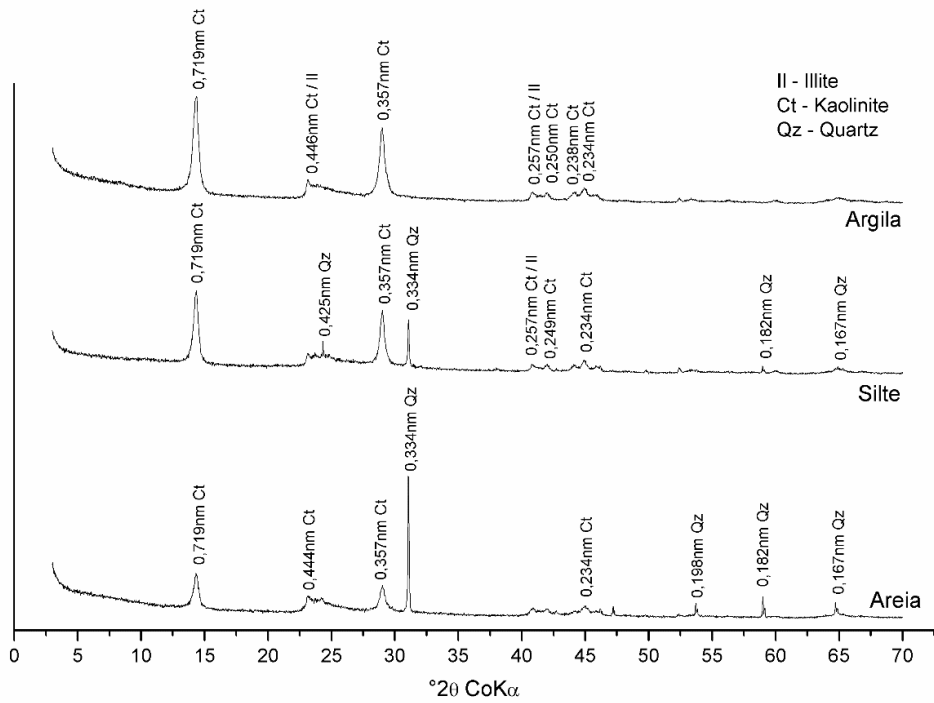
Em relação à argila cinza (Figura 1.9), verifica-se a predominância das fases quartzo e caulinita nas frações de areia e silte. Na fração argila, de maior interesse para a aplicação estudada, pode-se identificar a presença significativa de caulinita ($d = 7,19; 3,57; 2,50; 2,38$ e $2,34 \text{ \AA}$). O difratograma exibe também picos em $d = 4,46; 2,57 \text{ \AA}$ devidos à provável existência de illita e/ou caulinita.

Figura 1.8 – Difratoograma correspondente ao rejeito de minério de ferro.



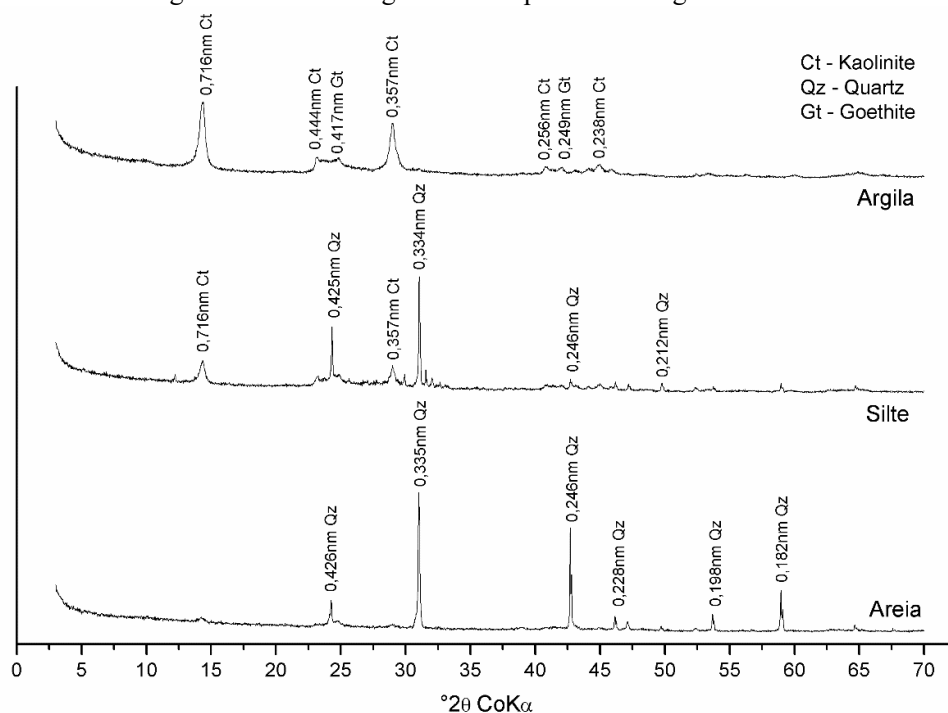
Fonte: O autor.

Figura 1.9 – Difratoograma correspondente à argila cinza.



Fonte: O autor.

Figura 1.10 – Difratoograma correspondente à argila amarela.



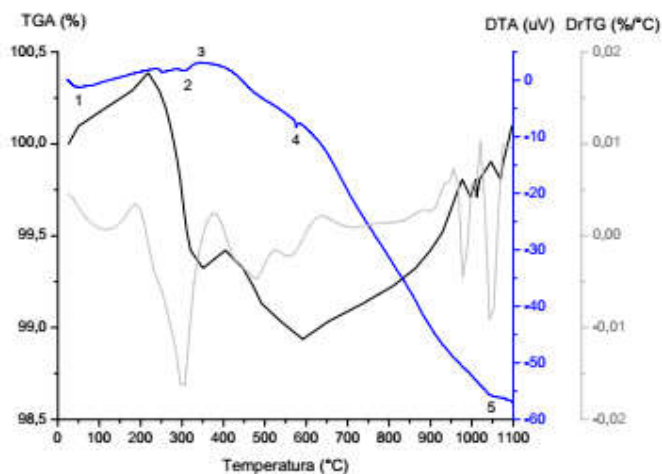
Fonte: O autor.

A fração areia da argila amarela (Figura 1.10) é basicamente composta por quartzo. O padrão de DRX fração silte, além do quartzo, apresenta também picos associados à caulinita. Na fração argila são identificados picos correspondentes à caulinita ($d = 7,16; 4,44; 3,57$ e $2,33 \text{ \AA}$) e goethita ($d = 4,17; 2,49 \text{ \AA}$), sendo que a fase cristalina caulinita é predominante. Este mineral contribui para uma boa conformação e para a melhoria nas propriedades de secagem dos produtos (EL FGAIER et al., 2016).

O comportamento térmico do rejeito de minério de ferro foi analisado segundo as curvas TGA/DTA obtidas (Figura 1.11), sendo possível definir quatro eventos endotérmicos, um exotérmico e as variações de massa associadas. O aquecimento de 25°C até 225°C resultou em um ganho de massa de $0,386\%$, possivelmente devido ao processo de estabilização após a evaporação da água livre, representada pelo primeiro pico endotérmico (1). O segundo pico endotérmico (2), a 305°C , corresponde à desidroxilação da goethita pouco cristalizada, transformando-se em hematita (RIZOV, 2012). O primeiro pico exotérmico (3), a 347°C , está relacionado à combustão da matéria orgânica. A perda de massa associada a estes eventos foi igual a $1,063\%$. O terceiro pico endotérmico (4), a 573°C , é atribuído à transição do quartzo α para o quartzo β (GALOS, 2011). Observou-se, entre as temperaturas de 400°C e 600°C , uma perda de massa de $0,483\%$, devido à eliminação da água de constituição e decomposição de alguns cristais (YANG et al., 2014). O quarto pico endotérmico (5), a

1054°C, refere-se a transformações envolvendo oxidação e recristalização de novas fases. O ganho de massa decorrente destas reações foi 1,159%.

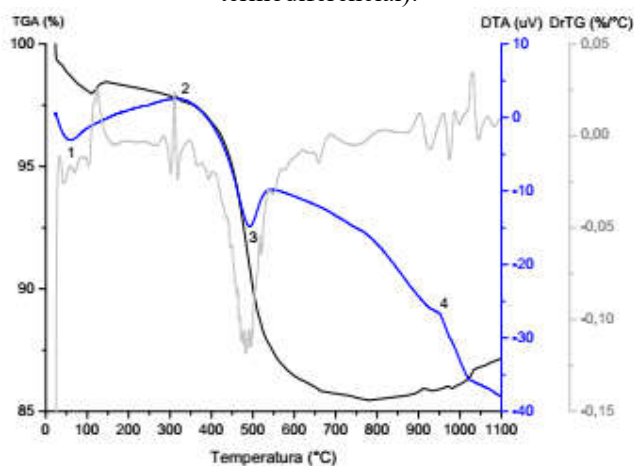
Figura 1.11 – Análise térmica do rejeito de minério de ferro (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).



Fonte: O autor.

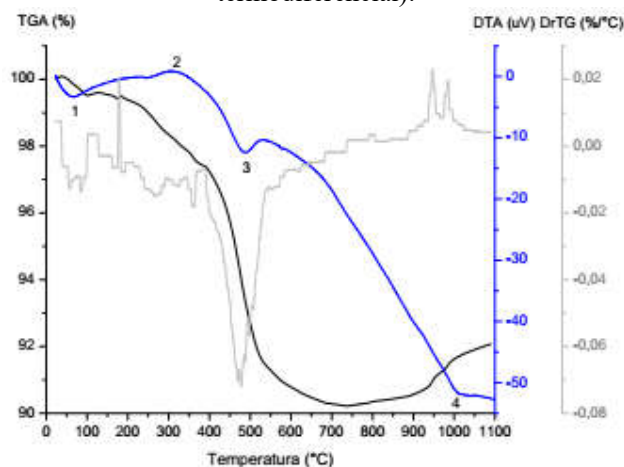
As curvas TGA/DTA referentes às argilas amarela e cinza são mostradas nas Figuras 1.12 e 1.13, respectivamente. Os três primeiros picos detectados estão relacionados à perda de água adsorvida (1), combustão da matéria orgânica (2) e desidroxilação da caulinita (3), dando origem à metacaulinita (MAHMOUDI et al., 2017). As temperaturas e perdas de massas correspondentes a estes eventos foram, respectivamente: 60°C (2,023%), 316°C (0,867%) e 493°C (11,657%) para a argila cinza; e 67°C (0,489%), 308°C (2,055%) e 489°C (7,241%) para a argila amarela.

Figura 1.12 – Análise térmica da argila cinza (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).



Fonte: O autor.

Figura 1.13 – Análise térmica da argila amarela (TGA – termogravimétrica; DTA – termodiferencial).



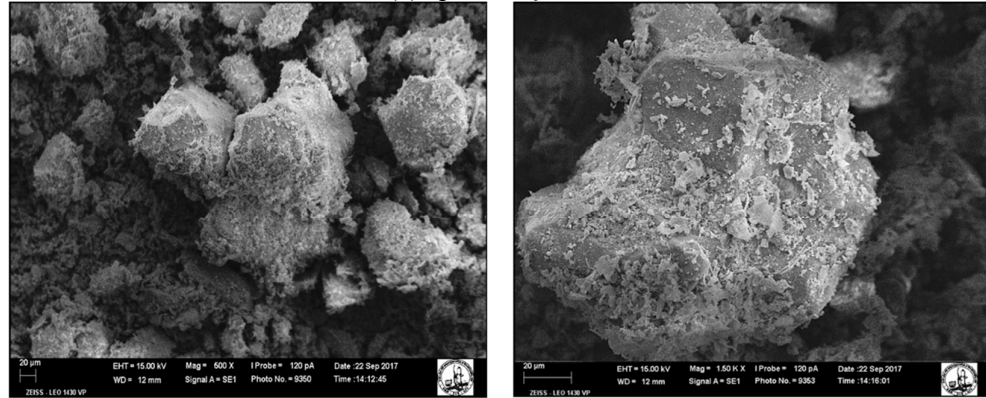
Fonte: O autor.

Há, ainda, um pequeno pico exotérmico (4) na curva DTA referente à argila cinza, a 947°C. Este pico está associado à formação do espinélio $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ e/ou mulita primária, que são formados a partir de reações envolvendo a metacaulinita (MILHEIRO et al., 2005). Observa-se, na curva DTA da argila amarela, um evento endotérmico (4) na temperatura de 1000°C (aproximadamente), que pode estar relacionado à oxidação e formação de novas fases cristalinas. As perdas de massa totais verificadas para as argilas cinza e amarela foram 12,813% e 7,926%, respectivamente.

A morfologia das matérias primas pode ser analisada por meio das Figuras 1.14, 1.15 e 1.16, obtidas através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Verifica-se que a amostra de rejeito (Figura 1.14) é composta por partículas de diferentes formatos. Os grãos de quartzo são, provavelmente, os de maiores diâmetros, volumétricos e formato aproximadamente hexagonal, com arestas definidas. Em sua superfície pode-se observar os cristais de hematita, que possuem menores dimensões e aspecto granular. Nota-se ainda, entre as partículas de quartzo, a presença de aglomerados formados possivelmente por cristais de caulinita e goethita.

Observa-se, na amostra de argila cinza (Figura 1.15), a presença de aglomerados formados por partículas lamelares com formatos circulares e hexagonais, provavelmente de caulinita. Na Figura 1.16, correspondente à amostra de argila amarela, nota-se a existência de grãos volumétricos, possivelmente de quartzo, além das partículas lamelares de caulinita. Os agregados micáceos, entre as estruturas de maiores dimensões, podem ser compostos por goethita.

Figura 1.14 – Imagens obtidas por MEV para o rejeito de minério de ferro: (a) aproximação de 500x; (b) aproximação de 1500x.

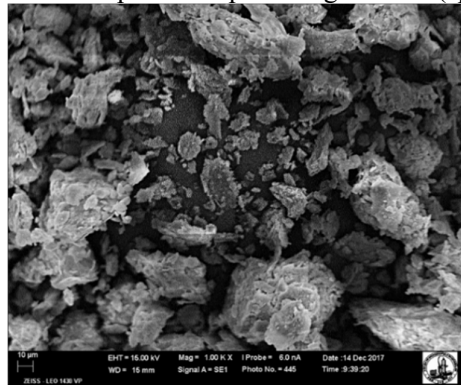


(a)

(b)

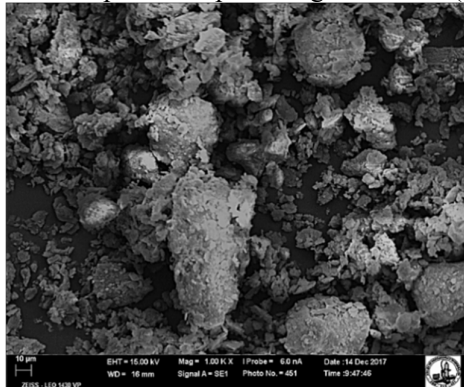
Fonte: O autor.

Figura 1.15 – Imagem obtida por MEV para a argila cinza (aproximação: 1000x).



Fonte: O autor.

Figura 1.16 – Imagem obtida por MEV para a argila amarela (aproximação: 1000x).



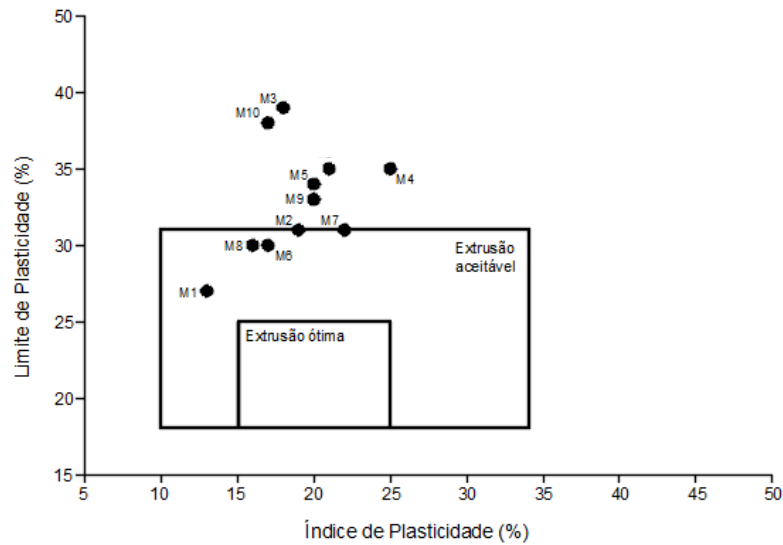
Fonte: O autor.

3.2. Caracterização das misturas quanto à plasticidade

As misturas foram caracterizadas quanto aos limites de Atterberg e localizadas no diagrama de prognóstico de extrusão, como pode ser visto na Figura 1.17. Observa-se que cinco misturas (M3, M4, M5, M9 e M 10) estão fora da zona considerada

aceitável para a extrusão, devido aos altos valores de limite de plasticidade obtidos. As misturas M2 e M7 estão localizadas no limite desta zona. Já as misturas M1, M8 e M6, que apresentam os maiores teores de rejeito de minério de ferro (40%, 26,7% e 20%, respectivamente), se enquadram na região de extrusão aceitável. Isso sugere que, para a conformação por extrusão, o teor ótimo de rejeito deve estar compreendido entre 20% e 40%.

Figura 1.17 – Localização das dez misturas no diagrama de prognóstico de extrusão .



Fonte: O autor.

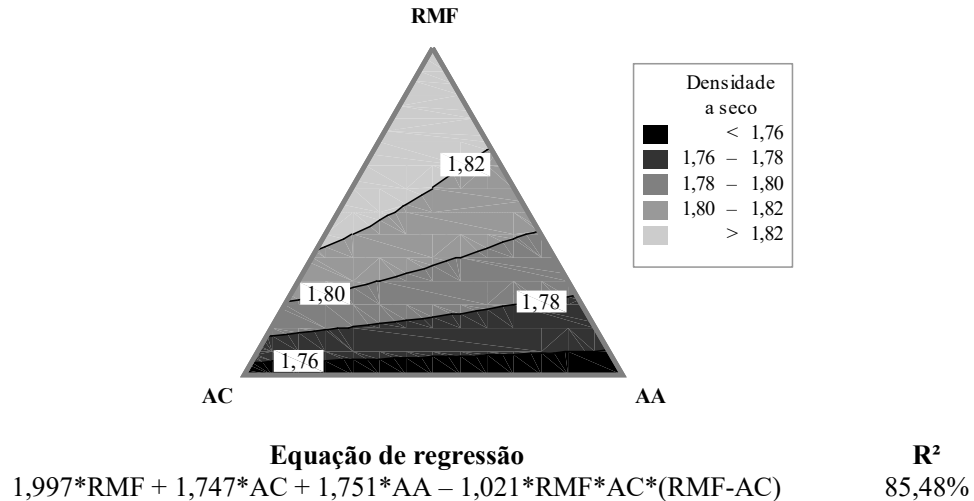
3.3. Caracterização dos corpos de prova cerâmicos

A seguir, são mostrados e discutidos os resultados obtidos para as propriedades físico-mecânicas avaliadas. O valor e o sinal dos coeficientes das equações indicam a influência de cada componente, bem como os sinergismos e antagonismos que atuam entre eles.

3.3.1. Densidade aparente a seco

A superfície de resposta obtida para a propriedade de densidade aparente a seco, bem como a equação relacionada são mostradas na Figura 1.18. A análise desta propriedade é relevante, uma vez que esta afeta o comportamento das peças cerâmicas durante o processo de queima (ou sinterização) (SCARPINI et al., 2012).

Figura 1.18 – Superfície de resposta obtida para a propriedade de densidade aparente a seco.



Fonte: O autor.

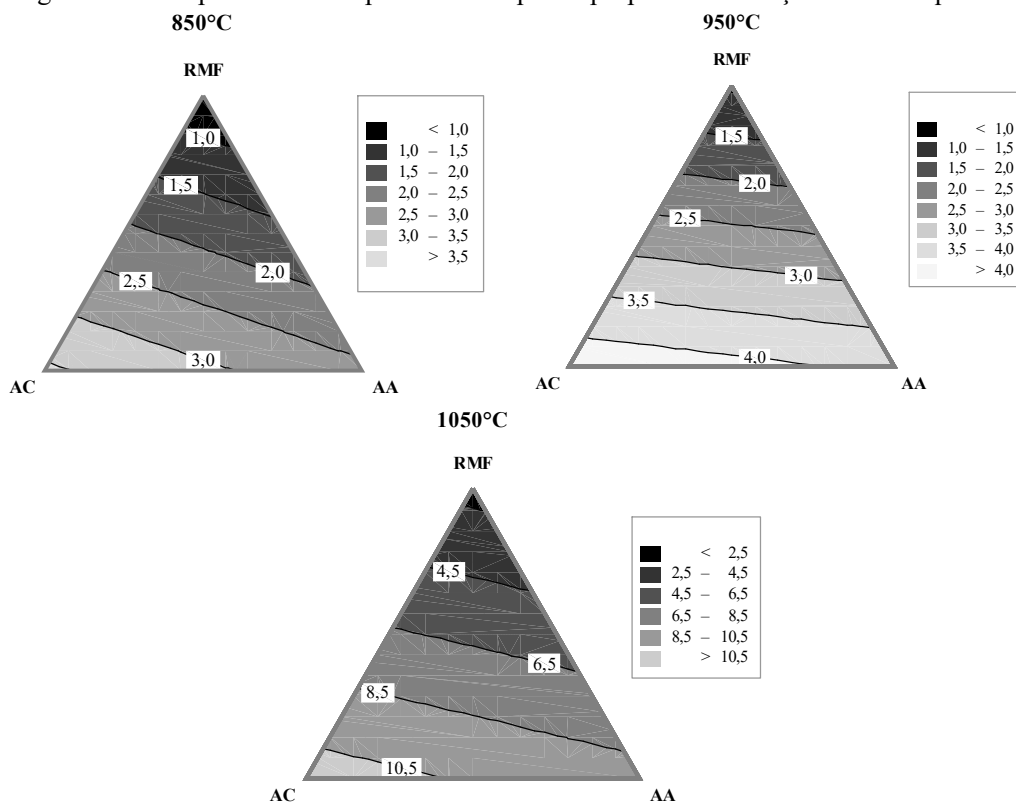
A adição do rejeito de minério de ferro tende a acarretar o aumento da densidade aparente a seco. Isso ocorreu devido à sua maior massa específica e, provavelmente, devido ao fato de o rejeito apresentar partículas de maiores dimensões em comparação com as argilas, o que favorece o empacotamento do sistema até um certo nível de adição (VIEIRA et al., 2006). Com relação à interação entre o rejeito e a argila cinza, observa-se que esta contribui para o aumento da propriedade até a incorporação de 30% de RMF.

3.3.2. Retração linear na queima

Na Figura 1.19 são apresentadas as superfícies de resposta para a propriedade de retração linear na queima. Na Tabela 1.6 constam as equações de regressão resultantes da análise estatística, e os respectivos coeficientes de determinação (R²).

Por meio dos gráficos é possível avaliar a influência de cada componente na propriedade em questão. Observa-se que o rejeito de minério de ferro contribui para a diminuição da retração linear, independentemente da temperatura de queima. Este fato pode ser explicado pelo comportamento inerte do material, e que também atua como um material de preenchimento (FARIA; GURGEL; HOLANDA, 2012; VIEIRA et al., 2006). Ressalta-se que o efeito da adição do rejeito na queima a 1050°C foi ainda mais pronunciado.

Figura 1.19 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade retração linear na queima.



Fonte: O autor.

Tabela 1.6 – Equações de regressão relacionadas à propriedade retração linear na queima.

Temperatura	Equação de regressão	R ²
850°C	$-3,095 \cdot \text{RMF} + 4,314 \cdot \text{AC} + 1,885 \cdot \text{AA}$	97,36%
950°C	$-3,907 \cdot \text{RMF} + 4,687 \cdot \text{AC} + 3,585 \cdot \text{AA}$	95,83%
1050°C	$-10,630 \cdot \text{RMF} + 13,200 \cdot \text{AC} + 7,480 \cdot \text{AA}$	98,71%

Obs.:

RMF: Rejeito de minério de ferro; AC: Argila cinza; AA: Argila amarela.

Os resultados obtidos sugerem que o rejeito pode ser aplicado para controlar a retração linear das peças cerâmicas, melhorando a estabilidade dimensional durante o processo de queima. Além disso, a redução deste parâmetro resulta em uma menor incidência de deformações e consequentes defeitos, acarretando a diminuição das perdas no processo de produção (ELICHE-QUESADA et al., 2011; MENEZES et al., 2008; PAIXÃO et al., 2008).

A argila cinza, por sua vez, apresenta granulometria fina e maior perda ao fogo, como pode ser observado nos resultados obtidos para a granulometria e composição química. Sendo assim, as misturas com teores elevados dessa argila tendem a sofrer uma maior densificação, sobretudo em temperaturas de queima mais elevadas. Portanto, tem-se uma maior contração de volume, que se reflete em maiores valores de retração linear (MONTEIRO, 2004).

Verifica-se que a retração linear foi também influenciada pela temperatura de queima, sendo que maiores temperaturas resultaram em maiores valores de retração. A diferença observada foi mais expressiva entre as queimas a 950°C e 1050°C. Isso se deve aos diferentes mecanismos de sinterização que ocorrem na faixa de temperatura adotada, tendo em vista o comportamento térmico das matérias primas utilizadas.

Entre as temperaturas de 850°C e 950°C, a sinterização no estado sólido, por difusão da superfície, é o mecanismo dominante. Este mecanismo promove a aproximação entre as partículas; no entanto, essa consolidação não é muito efetiva. Acima de 950°C, tem-se o início da sinterização por formação da fase líquida, que infiltra nos poros da estrutura promovendo a densificação do corpo cerâmico. Neste caso, a densificação é muito mais efetiva, o que explica a maior retração constatada por meio dos resultados (MILHEIRO et al., 2005; MONTEIRO et al., 2008).

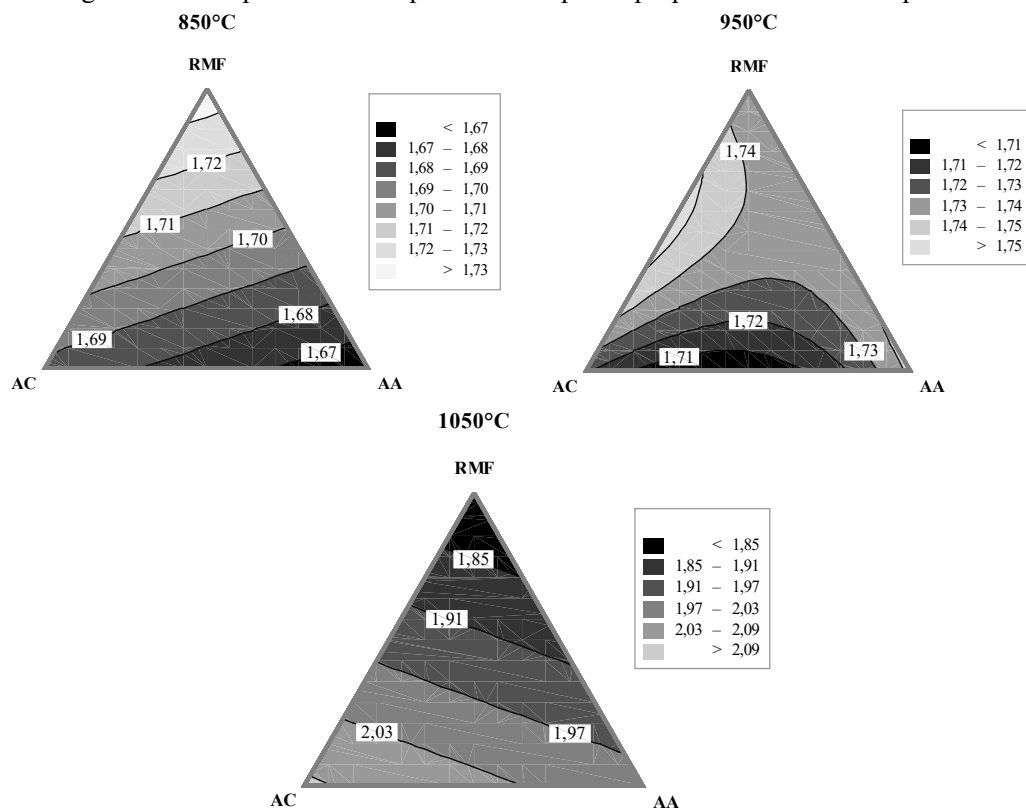
A determinação desta propriedade é importante pois fornece uma indicação da eficiência da queima. No entanto, a norma brasileira não estabelece um valor máximo para peças cerâmicas. Adotando o valor de 3% considerado por Roy, Adhikari e Gupta (2007), o critério não foi atendido por nenhuma mistura na queima a 1050°C. Nas temperaturas de 850°C e 950°C, misturas com os maiores teores de argila cinza também não apresentaram resultados satisfatórios.

3.3.3. Densidade aparente pós queima

Os resultados que descrevem a propriedade de densidade aparente, nas três temperaturas avaliadas, são mostrados na Figura 1.20 e Tabela 1.7. De modo geral, os valores obtidos estão no intervalo de 1,60 a 2,10 g/cm³. Nota-se que o aumento da densidade foi pronunciado entre as temperaturas de 950°C e 1050°C, em decorrência do processo de sinterização por formação da fase líquida que ocorre nesta faixa de temperatura.

A comparação destes resultados com os obtidos para a propriedade de densidade aparente a seco permite observar que houve uma redução da densidade na queima a 850°C e 950°C, devido à perda de massa e o nível de densificação relativamente baixo. Na temperatura de 1050°C, os valores obtidos superam os iniciais (a seco), em consequência do maior grau de densificação em temperaturas mais elevadas (TORRES et al., 2009).

Figura 1.20 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade densidade aparente.



Fonte: O autor.

Tabela 1.7 – Equações de regressão relacionadas à propriedade densidade aparente.

Temperatura	Equação de regressão	R ²
850°C	$1,828*RMF + 1,705*AC + 1,645*AA$	70,99%
950°C	$1,448*RMF + 1,858*AC + 1,912*AA + 0,709*RMF*AC - 0,729*AC*AA$	86,47%
1050°C	$1,414*RMF + 2,180*AC + 1,912*AA$	96,35%

Obs.:

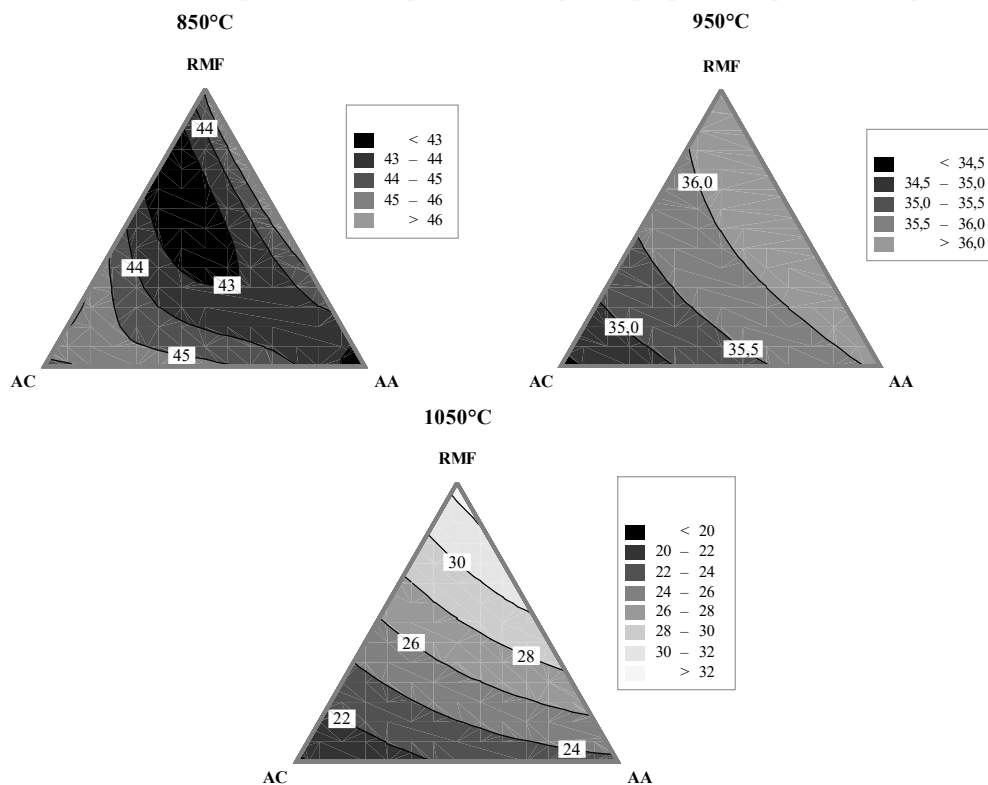
RMF: Rejeito de minério de ferro; AC: Argila cinza; AA: Argila amarela.

A adição de rejeito de minério de ferro contribui com o aumento da densidade aparente pós queima, em virtude da maior massa específica dos sólidos do material. Essa mesma tendência foi verificada nos resultados de densidade aparente a seco. Com o aumento da temperatura, o efeito do componente “argila cinza” torna-se predominante, uma vez que esta matéria prima é a principal fonte de argilominerais (como a caulinita). Dessa forma, misturas com maiores teores de argila cinza proporcionam a formação de maior volume da fase líquida, provocando o aumento da densidade do corpo cerâmico.

3.3.4. Porosidade aparente

O comportamento dos corpos cerâmicos quanto à característica de porosidade aparente pode ser avaliado por meio da Figura 1.21 e Tabela 1.8. Os valores obtidos para as temperaturas de 950°C e 1050°C diminuíram consideravelmente em relação aos observados para a temperatura de 850°C. Isso pode estar associado ao mecanismo de sinterização por formação da fase líquida, conforme foi explicado no tópico 3.3.2., referente aos resultados de retração linear na queima. Durante a formação dessa fase, a tensão na superfície do líquido e a capilaridade fazem com que as partículas se aproximem de forma mais efetiva, reduzindo a porosidade (NGUN et al., 2011).

Figura 1.21 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade porosidade aparente.



Fonte: O autor.

Tabela 1.8 – Equações de regressão relacionadas à propriedade porosidade aparente.

Temperatura	Equação de regressão	R ²
850°C	$77 \cdot \text{RMF} + 36 \cdot \text{AC} + 31 \cdot \text{AA} + 257 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} + 47 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} - 1026 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} - 319 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot (\text{RMF} - \text{AC})$	85,11%
950°C	$99,7 \cdot \text{RMF} + 33,2 \cdot \text{AC} + 37,0 \cdot \text{AA} - 197,7 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} - 188,4 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} + 605 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	71,74%
1050°C	$37,41 \cdot \text{RMF} + 13,95 \cdot \text{AC} + 23,42 \cdot \text{AA} + 51,48 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} + 14,25 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} - 30,92 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	99,92%

Obs.:

RMF: Rejeito de minério de ferro; AC: Argila cinza; AA: Argila amarela.

Dentre os três componentes, o rejeito de minério de ferro é o que mais contribui para o aumento da porosidade quando avaliado de maneira isolada. Isso se justifica pela grande quantidade de partículas de quartzo – grãos considerados inertes para a faixa de temperatura adotada. Em geral, a porosidade aumenta com a relação de grãos inertes (AMRANE et al., 2011). Mesmo o rejeito contribuindo para a melhoria do empacotamento das misturas, conforme foi observado nos resultados de densidade aparente a seco, o efeito provocado pela inércia do material foi preponderante durante o processo de queima.

Considerando a temperatura de queima igual a 850°C, a interação entre o rejeito e a argila amarela contribui significativamente para o aumento da porosidade. Essa tendência é coerente, uma vez que ambos os materiais apresentam altos teores de fração areia. Além disso, a argila amarela é a que apresenta maior relação sílica/alumina, o que significa que há maior teor de sílica livre em relação à argila cinza. A interação entre os três componentes favorece a diminuição da porosidade. Essas mesmas tendências foram observadas para a temperatura de 1050°C. Em relação à temperatura de 950°C, a interação entre o rejeito e a argila cinza contribui para a redução da porosidade, efeito contrário ao provocado pela interação ternária.

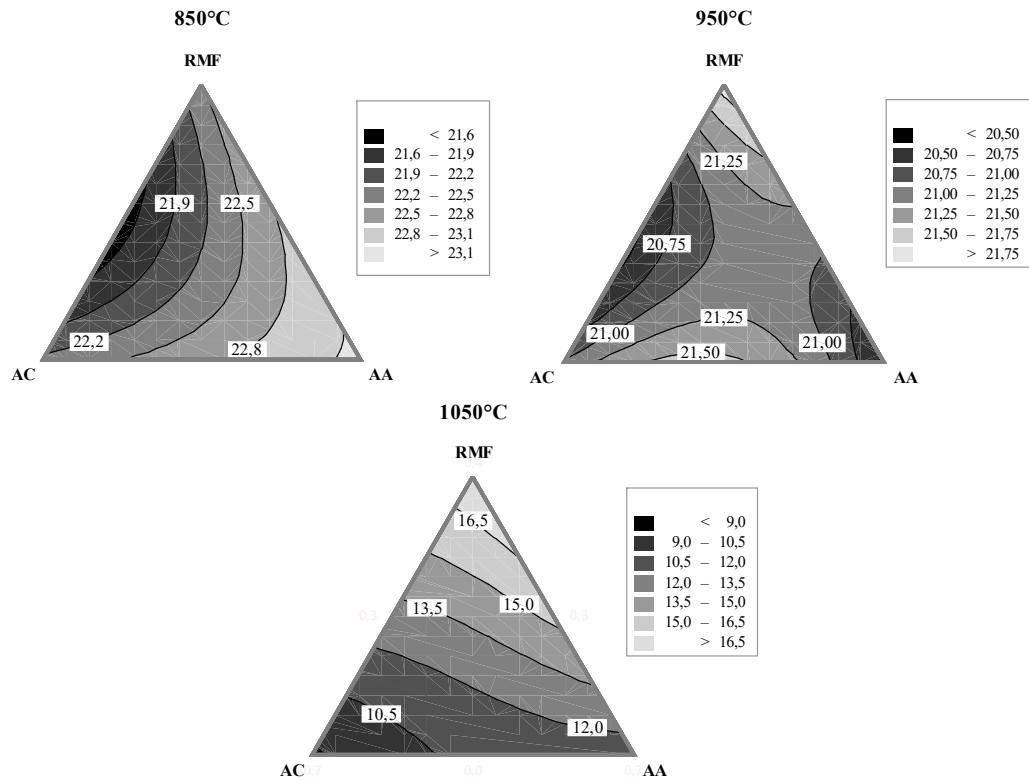
3.3.5. Absorção d'água

De modo geral, o índice de absorção d'água é um dos principais parâmetros para a aplicação de peças cerâmicas (SEMIZ, 2017). Os valores que descrevem a propriedade são mostrados dos gráficos da Figura 1.22 e Tabela 1.9. Considerando a influência da temperatura, observa-se que os resultados referentes à absorção d'água seguem a mesma tendência constatada para a propriedade de porosidade aparente. Os mecanismos de sinterização – tanto por difusão no estado sólido quanto por formação da fase líquida – promovem a redução da porosidade aberta, resultando na redução do índice de absorção. Para a temperatura a 1050°C, na qual predomina o segundo mecanismo, verificou-se valores muito baixos (inferiores a 10%) provavelmente devido ao preenchimento dos poros interligados (MILHEIRO et al., 2005; MONTEIRO et al., 2008; ZOUAOU; BOUAZIZ, 2017).

Avaliando os coeficientes obtidos nas equações da Tabela 1.9, constata-se que a incorporação do rejeito de minério de ferro tende a provocar o aumento da absorção d'água, e o seu efeito é predominante na queima a 850°C e 950°C. Quanto maior o teor de rejeito, ou seja, material inerte, maior é a concentração de poros abertos e

interligados, que não são “fechados” durante o processo de sinterização (ZOUAOUI et al., 2017). A interação entre o rejeito e a argila cinza, no entanto, influencia na redução do parâmetro nas temperaturas de 850°C e 950°C.

Figura 1.22 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade absorção d’água.



Fonte: O autor.

Tabela 1.9 – Equações de regressão relacionadas à propriedade absorção d’água.

Temperatura	Equação de regressão	R ²
850°C	$28,76 \cdot \text{RMF} + 21,62 \cdot \text{AC} + 23,83 \cdot \text{AA} - 22,19 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC}$	67,84%
950°C	$32,36 \cdot \text{RMF} + 17,19 \cdot \text{AC} + 15,74 \cdot \text{AA} - 23,29 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} + 20,41 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	79,74%
1050°C	$2,0 \cdot \text{RMF} + 2,6 \cdot \text{AC} + 8,6 \cdot \text{AA} + 71,5 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} + 100,4 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} + 20,9 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} - 254,0 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	99,92%

Obs.:

RMF: Rejeito de minério de ferro; AC: Argila cinza; AA: Argila amarela.

Considerando a temperatura de 1050°C, na qual o processo de formação da fase líquida é mais intenso, nota-se que o rejeito, isoladamente, não tem efeito relevante sobre a propriedade. No entanto, sua interação com a argila cinza e com a argila amarela contribui fortemente para o aumento da absorção, ao passo que a interação ternária causa diminuição.

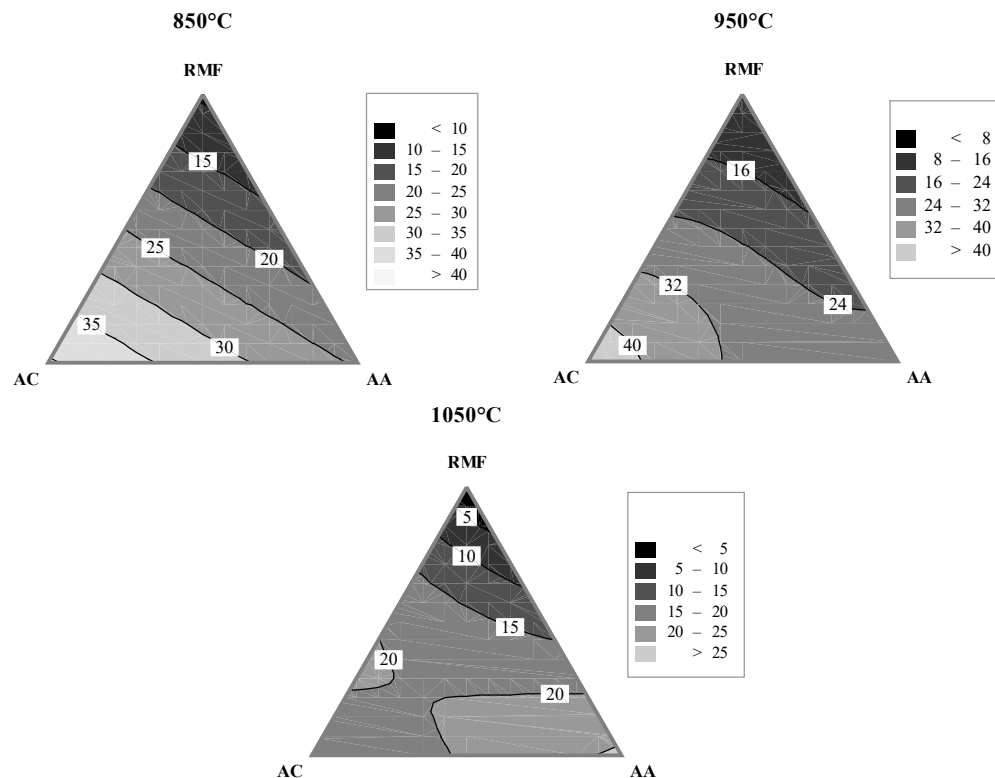
A normatização NBR 15270-1 (ABNT, 2017) estabelece que, para blocos cerâmicos furados de vedação, o índice de absorção d’água deve ser inferior a 25%. Todas as misturas, nas três temperaturas avaliadas, apresentaram valores que atendem a

esse critério. Na ASTM C62 (ASTM, 2008), por sua vez, determina-se o limite máximo de 22%, que só é atendido plenamente (por todas as misturas) na queima a 950°C e 1050°C.

3.3.6. Resistência à compressão axial

Outra propriedade relevante na avaliação da qualidade de produtos cerâmicos é a resistência mecânica. No caso de blocos cerâmicos de vedação, o parâmetro considerado é a resistência à compressão. Conforme pode ser observado na Figura 1.23 e nas equações presentes na Tabela 1.10, a adição do rejeito de minério de ferro tende a reduzir a resistência mecânica. Esse comportamento está relacionado ao aumento da porosidade, o que já foi constatado por outros autores (ACCHAR; VIEIRA; SEGADÃES, 2006; MILHEIRO et al., 2005). Quanto maior a quantidade de poros na matriz cerâmica, tem-se mais pontos suscetíveis à concentração de tensões, causando a queda da resistência (FARIA; HOLANDA, 2013).

Figura 1.23 – Superfícies de resposta obtidas para a propriedade resistência à compressão axial.



Fonte: O autor.

Tabela 1.10 – Equações de regressão relacionadas à propriedade resistência à compressão axial.

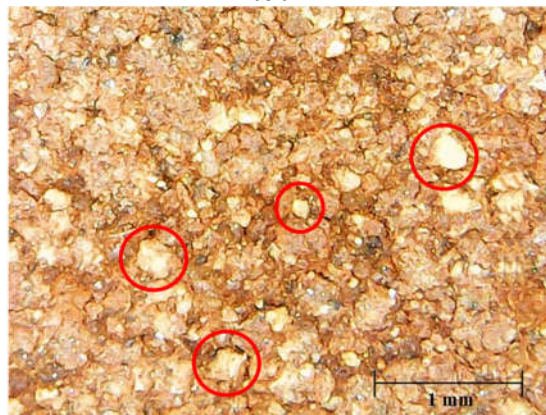
Temperatura	Equação de regressão	R ²
850°C	$-25,85 \cdot \text{RMF} + 52,63 \cdot \text{AC} + 12,38 \cdot \text{AA}$	93,25%
950°C	$87,5 \cdot \text{RMF} + 55,3 \cdot \text{AC} + 92,3 \cdot \text{AA} - 384,2 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} - 500,7 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} - 174,1 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} + 1390,4 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} + 188,9 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} \cdot (\text{AC} - \text{AA})$	99,99%
1050°C	$-114,5 \cdot \text{RMF} + 7,3 \cdot \text{AC} + 33,8 \cdot \text{AA} + 283,2 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC}$	71,28%

Obs.:

RMF: Rejeito de minério de ferro; AC: Argila cinza; AA: Argila amarela.

Por outro lado, deve-se considerar também o maior teor de quartzo presente no rejeito. Em temperaturas em torno de 573°C ocorre a transformação polimórfica do quartzo α em β , que induz uma variação volumétrica. Esta variação resulta no surgimento de tensões de tração na matriz circundante antes da densificação completa. Dessa forma, tem-se o “descolamento” entre os grãos de quartzo e a matriz vítrea, o que acarreta a diminuição da resistência mecânica (SAMARA; LAFHAJ; CHAPISEAU, 2009). Esse efeito pode ser observado na Figura 1.24, correspondente a uma amostra da mistura M1 queimada a 1050°C, obtida por microscopia ótica. É visível a fissuração presente no entorno dos grãos de quartzo, destacados na imagem.

Figura 1.24 – Imagem obtida por microscopia ótica de uma amostra da mistura M1, queimada a 1050°C.

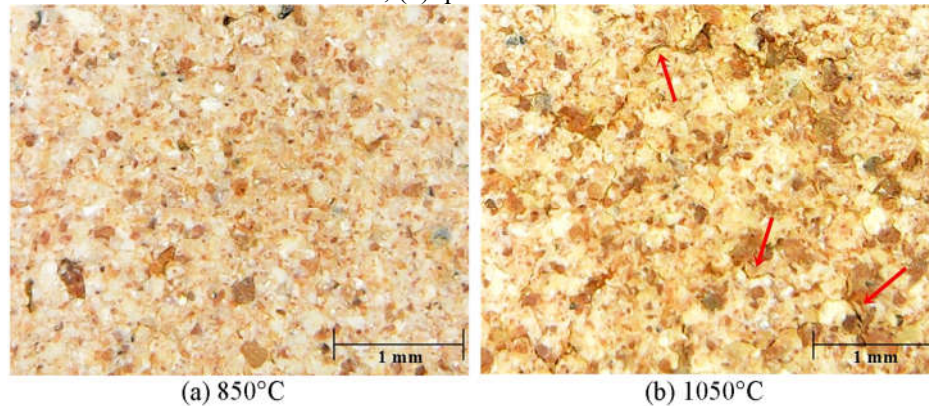


Fonte: O autor.

Avaliando as equações obtidas para as três temperaturas de queima (Tabela 1.10), nota-se que a argila cinza é a principal responsável pelo desenvolvimento da resistência a 850°C. Considerando a temperatura de 950°C, a interação entre os componentes passou a exercer efeito preponderante, provocando o aumento dos valores de resistência em relação à temperatura anterior. Na queima a 1050°C esperava-se que o ganho de resistência fosse ainda maior, comportamento observado por alguns autores em massas cerâmicas comuns (KARAMAN; ERSAHIN; GUNAL, 2006; MILHEIRO et al., 2005). No entanto, a presença da argila cinza levou ao aumento significativo da

retração linear, provocando deformações diferenciais e microfissuras que afetaram a resistência à compressão (Figura 1.25) (MONTEIRO, 2004). Além disso, nessa temperatura de queima, a incorporação do rejeito exerceu influência ainda mais negativa sobre esta propriedade. Isso pode estar associado ao incremento das partículas de quartzo e hematita, que dificultam o processo de sinterização dos argilominerais (SOUZA; VIEIRA; MONTEIRO, 2008), sobretudo em temperaturas mais elevadas.

Figura 1.25 – Imagens obtidas por microscopia ótica de amostras da mistura M4: (a) queima a 850°C; (b) queima a 1050°C.

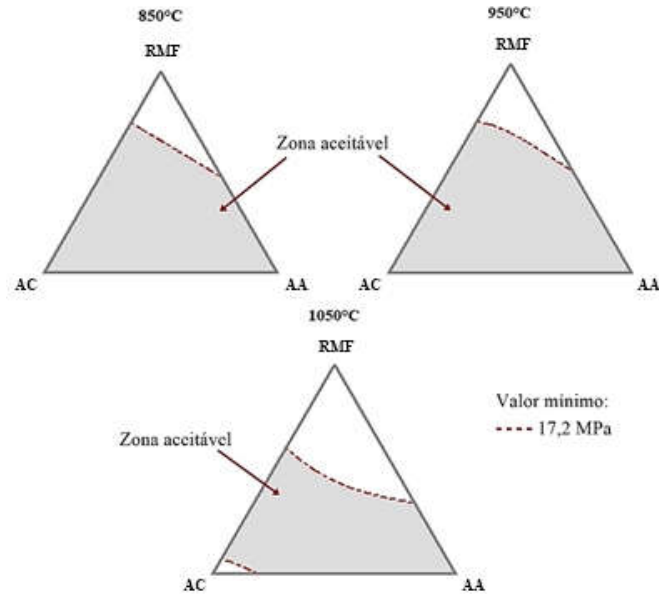


Fonte: O autor.

As normas brasileiras e internacionais não estabelecem um valor mínimo de resistência mecânica para exemplares em tamanho reduzido, apenas para blocos fabricados em tamanho real. A NBR 15270-1 (ABNT, 2017) especifica que a resistência à compressão mínima deve ser igual ou superior a 1,5 MPa para blocos furados de vedação. Todas as misturas, nas três temperaturas, atendem a esse critério e seriam consideradas satisfatórias quanto à resistência. No entanto, o comportamento mecânico verificado em corpos de prova maciços é distinto do observado em blocos vazados, o que desencoraja o uso desse valor como referência.

Considerando o valor mínimo definido pela ASTM C62 (ASTM, 2008), igual a 17,2 MPa tanto para blocos vazados como para maciços, definiu-se as regiões das superfícies de resposta que atendem a este limite para cada temperatura de sinterização, como pode ser visto na Figura 1.26.

Figura 1.26 – Regiões que atendem ao critério de resistência definido pela ASTM C62.

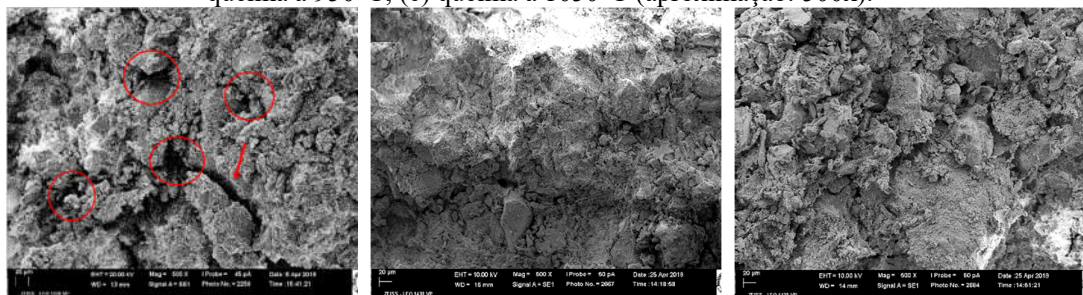


Fonte: O autor.

Para atestar a boa adequação de cada um dos modelos de regressão, foi feita uma análise dos gráficos de “resíduos” *versus* “valores preditos” e dos gráficos de probabilidades normais. Por meio destes, pode-se inferir que os erros apresentam uma distribuição aleatória em torno da média igual a zero; portanto, podem ser considerados independentes, sugerindo a homogeneidade das variâncias. Os gráficos de probabilidades normais indicaram que os resíduos, ou erros, são normalmente distribuídos em todas as propriedades. Assim, pode-se assumir que a análise de regressão realizada é válida para as três temperaturas avaliadas.

As imagens obtidas por MEV referentes às superfícies de ruptura das misturas M1 (40% RMF, 30% AC, 30% AA), M4 (70% AC, 30% AA), M7 (13,33% RMF, 43,33% AC, 43,33% AA) e M10 (30% AC, 70% AA) são mostradas nas Figuras 1.27, 1.28, 1.29 e 1.30, respectivamente.

Figura 1.27 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M1: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).



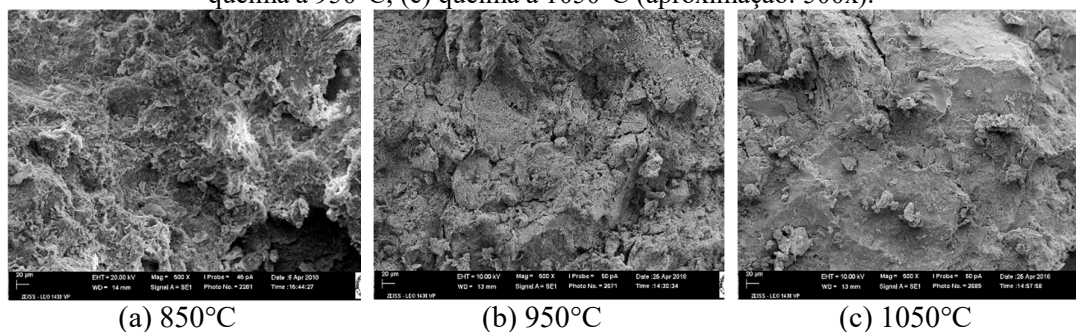
(a) 850°C

(b) 950°C

(c) 1050°C

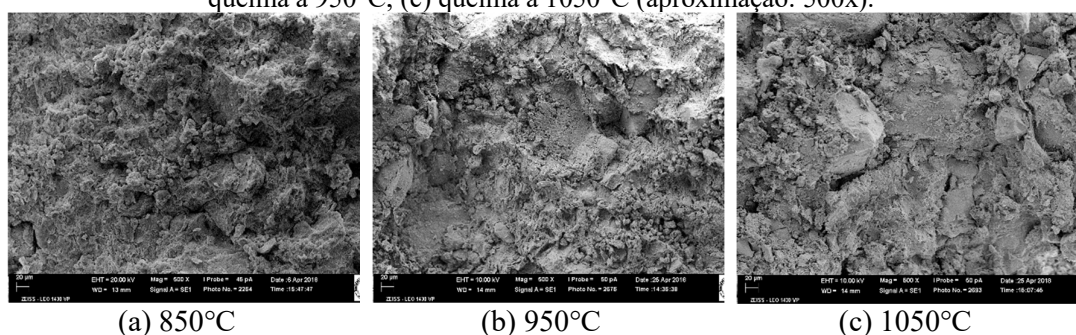
Fonte: O autor.

Figura 1.28 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M4: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).



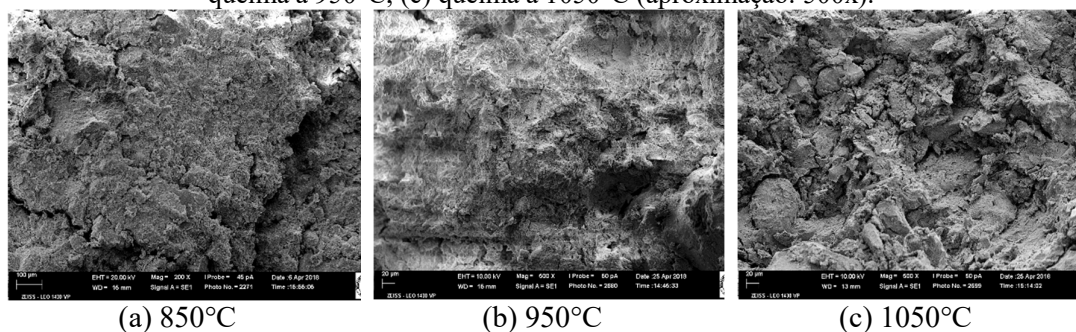
Fonte: O autor.

Figura 1.29 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M7: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).



Fonte: O autor.

Figura 1.30 – Imagens obtidas por MEV de amostras da mistura M10: (a) queima a 850°C; (b) queima a 950°C; (c) queima a 1050°C (aproximação: 500x).



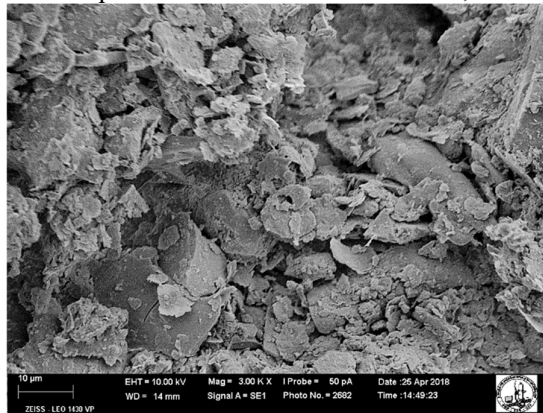
Fonte: O autor.

Analisando o efeito da temperatura, observa-se a evolução do processo de sinterização que ocorreu entre as temperaturas de 850°C e 950°C, para as quatro misturas consideradas. Nota-se a redução da porosidade e rugosidade da superfície, em virtude da aproximação das partículas pelo mecanismo de difusão no estado sólido, bem como do provável início da formação da fase líquida. Nas amostras queimadas a 1050°C, observa-se um aspecto de desagregação das partículas, sobretudo nas misturas M1 (Figura 1.27), M7 (Figura 1.29) e M10 (Figura 1.30), e o surgimento de fissuras.

Esse fato está relacionado com a queda da resistência mecânica, verificada anteriormente.

Nas amostras referentes à mistura M4 (Figura 1.28), rica em argila cinza, verifica-se superfícies mais lisas e menos porosas em relação às demais. As amostras que contém porcentagens de rejeito de minério de ferro (M1 e M7) apresentam superfícies mais irregulares, devido aos maiores teores de quartzo e hematita (óxido de ferro III) presentes na mistura. Durante o processo de queima, uma parcela dos íons Fe^{3+} podem substituir, parcialmente, os íons Al^{3+} na estrutura da caulinita. As partículas de hematita restantes se apresentam na forma de grãos finos e dispersos, dificultando a sinterização completa (KREIMEYER, 1987; MILHEIRO et al., 2005). Esse efeito pode ser melhor observado na Figura 1.31, referente à mistura M1 sinterizada a 1050°C, com aproximação de 3000x.

Figura 1.31 – Imagem obtida por MEV referente à mistura M1, com aproximação de 3000x.



Fonte: O autor.

3.4. Determinação da composição ótima

Segundo a NBR 15270-1 (ABNT, 2017) e ASTM C62 (ASTM, 2008), os blocos cerâmicos de vedação devem apresentar características de absorção d'água e resistência mecânica de modo a garantir a qualidade técnica do produto. Conforme já mencionado no item 2.4, pode-se utilizar a função desejabilidade para a determinação da composição que melhor atenda aos critérios exigidos pelas normatizações. O valor máximo adotado para a propriedade de absorção d'água foi igual a 22%; já o valor mínimo considerado para a resistência à compressão axial foi 17,2 MPa. A intenção é satisfazer estas especificações, visando à incorporação do máximo teor possível de rejeito de minério de ferro.

Os resultados de desejabilidade obtidos para cada mistura, nas três temperaturas avaliadas, são mostrados na Tabela 1.11. Observa-se que, nas temperaturas de 850°C e

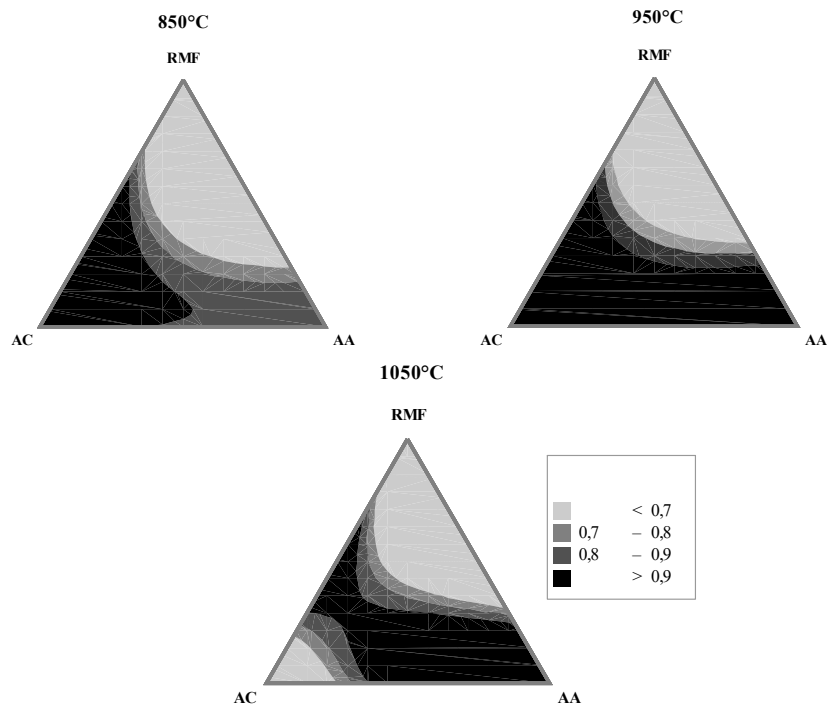
950°C, apenas três misturas – M1, M6 e M8 – possuem valores de desejabilidade inferiores a 0,78. Em relação à temperatura de 1050°C, a mistura M4 também seguiu essa tendência. De modo geral, a maioria das composições atendeu plenamente ambas as especificações (desejabilidade igual a 1) ou apresentaram qualidade técnica próxima ao estabelecido por norma (desejabilidade > 0,75).

Tabela 1.11 – Valores de desejabilidade referentes às misturas, para as três temperaturas de queima.

Mistura	DSJ – 850°C	DSJ – 950°C	DSJ – 1050°C
M1	0,00000	0,00000	0,00000
M2	1,00000	1,00000	1,00000
M3	0,87041	1,00000	1,00000
M4	0,95142	1,00000	0,00000
M5	0,98832	1,00000	1,00000
M6	0,00000	0,30277	0,00000
M7	0,95752	1,00000	1,00000
M8	0,00000	0,00000	0,00000
M9	0,85473	1,00000	1,00000
M10	0,78106	1,00000	1,00000

Por meio dos gráficos de desejabilidade, mostrados na Figura 1.32, pode-se verificar a influência de cada matéria prima nesta função.

Figura 1.32 – Gráficos de desejabilidade para as temperaturas de 850°C, 950°C e 1050°C.



Fonte: O autor.

Observa-se que os valores de desejabilidade mais próximos de 1 ocorrem nas proximidades do limite superior do componente “argila cinza”, exceto para a

temperatura de 1050°C. Além disso, nota-se que a interação entre a argila amarela e o rejeito de minério de ferro é negativa, de modo que um limita a aplicação do outro. Outro fato que pode ser pontuado é que uma grande variedade de composições apresenta desejabilidade relativamente alta, acima de 0,70. Isso significa que os teores adicionados de cada componente podem variar dentro de um amplo intervalo, mantendo o desempenho do produto próximo ao recomendado.

Para cada temperatura de queima, definiu-se a composição ótima que apresenta desejabilidade igual a 1 e máximo teor possível de rejeito de minério de ferro (Tabela 1.12). Realizou-se, ainda, a predição dos valores de índice de absorção d'água e resistência à compressão axial associados a essa mistura.

Tabela 1.12 – Composições ótimas considerando as três temperaturas de queima.

Temperatura	Rejeito de minério de ferro	Argila Cinza	Argila Amarela	Predição	
				Absorção d'água (%)	Resistência à compressão (MPa)
850°C	0,291	0,409	0,300	21,72	17,71
950°C	0,291	0,409	0,300	20,90	17,58
1050°C	0,233	0,467	0,300	13,69	17,70

Visando à incorporação do maior teor de resíduo, a composição indicada é a que apresenta 29,1% de rejeito de minério de ferro, 40,9% de argila cinza e 30,0% de argila amarela. Tendo em vista a análise térmica dos materiais (TGA/DTA), apresentada no item 3.1, e a avaliação das superfícies de ruptura mostradas nas Figuras 1.26 a 1.29, indica-se a temperatura de 950°C.

Comparando a queima nas temperaturas de 850°C e 950°C, verificou-se a redução da porosidade e, conseqüentemente, da absorção d'água, o que é benéfico do ponto de vista da durabilidade do material. Além disso, o comportamento térmico da argila cinza, principal componente da mistura obtida, sugere que o surgimento de novas fases cristalinas, decorrentes do processo de sinterização, ocorre a partir de 950°C.

Os resultados obtidos nessa pesquisa revelaram que é possível a fabricação de blocos cerâmicos de vedação, em conformidade com as especificações normativas, a partir da incorporação de um teor considerável de rejeito de minério de ferro, como uma potencial forma de reaproveitamento. No entanto, novos estudos devem ser conduzidos no intuito de verificar se a composição ótima definida realmente pode atender aos critérios de qualidade técnica. Além disso, para o completo desenvolvimento do novo produto, ensaios de caracterização ambiental devem ser realizados (solubilização e

lixiviação), de modo a garantir que os blocos cerâmicos possam ser aplicados na construção civil sem causar nenhum efeito negativo à construção e ao ambiente.

4. CONCLUSÃO

Este estudo foi realizado para explorar o efeito da adição de rejeito de minério de ferro em massas cerâmicas, visando à produção de blocos de vedação que estejam em conformidade com as normatizações brasileira e internacional. Com base nos resultados obtidos por meio dos ensaios experimentais e posterior análise estatística, pode-se concluir que:

- A incorporação do rejeito contribuiu para a redução da retração linear, aspecto positivo do ponto de vista técnico. A diminuição da retração conduz a um melhor controle dimensional das peças cerâmicas, além de reduzir o risco de surgimento de defeitos nos blocos;
- A densidade aparente foi influenciada pela adição de rejeito sobretudo na temperatura de 850°C. Devido à massa específica elevada do material, este contribuiu para o aumento da propriedade. A adição de rejeito também provocou o aumento dos valores de índice de absorção d'água e porosidade aparente. Isso pode ser explicado pela alta concentração de partículas de quartzo, uma vez que a porosidade aberta, e conseqüentemente a absorção, aumentam com a relação de grãos inertes;
- A resistência à compressão axial dos corpos cerâmicos apresentou uma tendência de redução com o aumento do teor de rejeito de minério de ferro, principalmente devido ao aumento da porosidade e da existência de tensões residuais nas peças. Na queima a 1050°C não houve ganho de resistência, o que pode ser explicado pela alta retração linear verificada e pela inversão do mineral quartzo durante o resfriamento;
- Por meio da função desejabilidade, foi possível definir as misturas ideais para cada temperatura de queima avaliada, sendo: 29,1% de RMF, 40,9% de AC e 30,0% de AA, para as temperaturas de 850°C e 950°C; 23,3% de RMF, 46,7% de AC e 30,0% de AA, para a temperatura de 1050°C. As três composições apresentaram desejabilidade igual a 1, ou seja, atendem plenamente aos requisitos normativos, estabelecidos pela NBR 15270-1 (ABNT, 2017) e ASTM

C62 (ASTM, 2008). A temperatura de queima adotada para o produto final foi 950°C;

- O planejamento experimental de misturas pode ser considerado uma boa ferramenta para verificar a influência de cada componente em peças cerâmicas, possibilitando a predição e a otimização das propriedades finais. Pode-se concluir que os resultados experimentais apresentaram ajuste satisfatório aos modelos matemáticos adotados;
- A pesquisa mostrou a viabilidade técnica do uso de rejeito de minério de ferro como matéria prima na produção de blocos cerâmicos, desde que haja um estudo para a determinação do teor adequado. Assim, foi mostrado um método atrativo para solucionar a questão da disposição inadequada de resíduos industriais, agregando valor a um material de descarte e contribuindo para a sustentabilidade na construção civil.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCHAR, W.; VIEIRA, F. A.; SEGADÃES, A. M. Using ornamental stone cutting rejects as raw materials for red clay ceramic products: Properties and microstructure development. **Materials Science and Engineering: A**, v. 435–436, p. 606–610, nov. 2006.

ALEXANDRE, J. et al. Utilização de planejamento em rede Simplex na previsão de propriedades mecânicas de peças cerâmicas vermelhas. **Cerâmica**, v. 47, n. 303, p. 170–174, 2001.

AMRANE, B. et al. Experimental study of the thermo-mechanical behaviour of alumina-silicate refractory materials based on a mixture of Algerian kaolinitic clays. **Ceramics International**, v. 37, n. 8, p. 3217–3227, dez. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6508: Grãos de solos que passam na peneira de 4,8 mm - Determinação da massa específica**. Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181: Solo - Análise granulométrica**. Rio de Janeiro, 2016a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459: Solo - Determinação do limite de liquidez**. Rio de Janeiro, 2016b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7180: Solo — Determinação do limite de plasticidade**. Rio de Janeiro, 2016c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15270-2: Componentes cerâmicos - Blocos e tijolos para alvenaria. Parte 2: Métodos de ensaios**. Rio de Janeiro, 2017a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15270-1: Componentes**

cerâmicos - Blocos e tijolos para alvenaria. Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2017b.

AZAPAGIC, A. Developing a framework for sustainable development indicators for the mining and minerals industry. **Journal of Cleaner Production**, v. 12, n. 6, p. 639–662, ago. 2004.

BACCOUR, H. et al. Mineralogical evaluation and industrial applications of the Triassic clay deposits, Southern Tunisia. **Materials Characterization**, v. 59, n. 11, p. 1613–1622, nov. 2008.

BARBA, A. **Materias Primas para la Fabricación de Soportes de Baldosas Cerámicas.** [s.l.]: ITC, 1997.

BAUMANN, D.; KELLER, W. D. BULK DENSITIES OF SELECTED DRIED NATURAL AND FIRED KAOLIN CLAYS. **Clays and Clay Minerals**, v. 23, p. 424–427, 1975.

BHATNAGAR, J. M.; GOEL, R. K. Thermal changes in clay products from alluvial deposits of the Indo-Gangetic plains. **Construction and Building Materials**, v. 16, p. 113–122, 2002.

BOUSSEN, S. et al. Characteristics and industrial application of the Lower Cretaceous clay deposits (Bouhedma Formation), Southeast Tunisia: Potential use for the manufacturing of ceramic tiles and bricks. **Applied Clay Science**, v. 123, p. 210–221, abr. 2016.

CAI, L. et al. Mechanical and hydration characteristics of autoclaved aerated concrete (AAC) containing iron-tailings: Effect of content and fineness. **Construction and Building Materials**, v. 128, p. 361–372, dez. 2016.

CARRASCO, E. V. M. et al. Characterization of mortars with iron ore tailings using destructive and nondestructive tests. **Construction and Building Materials**, v. 131, p. 31–38, jan. 2017.

CELIK, H. Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry. **Applied Clay Science**, v. 50, n. 2, p. 245–254, out. 2010.

CHEN, Y. et al. Preparation of eco-friendly construction bricks from hematite tailings. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 4, p. 2107–2111, abr. 2011.

CHENG, Y. et al. Test research on the effects of mechanochemically activated iron tailings on the compressive strength of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 118, p. 164–170, ago. 2016.

CORONADO, M.; SEGADÃES, A. M.; ANDRÉS, A. Combining mixture design of experiments with phase diagrams in the evaluation of structural ceramics containing foundry by-products. **Applied Clay Science**, v. 101, p. 390–400, nov. 2014.

CORREIA, S. .; HOTZA, D.; SEGADÃES, A. . Simultaneous optimization of linear firing shrinkage and water absorption of triaxial ceramic bodies using experiments design. **Ceramics International**, v. 30, n. 6, p. 917–922, jan. 2004.

CORREIA, S. L. et al. Properties of Triaxial Porcelain Bodies: Interpretation of Statistical Modeling. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 11, p. 3356–3365, nov. 2006.

CORREIA, S. L. et al. Effect of quartz sand replacement by agate rejects in triaxial porcelain. **Journal of Hazardous Materials**, v. 163, n. 1, p. 315–322, abr. 2009.

CORREIA, S. L.; HOTZA, D.; SEGADÃES, A. M. Predicting porosity content in triaxial porcelain bodies as a function of raw materials contents. **Journal of Materials Science**, v. 43, n. 2, p. 696–701, 31 jan. 2008.

COSTA, N. R.; LOURENÇO, J.; PEREIRA, Z. L. Desirability function approach: A review and

- performance evaluation in adverse conditions. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 107, n. 2, p. 234–244, jul. 2011.
- DA SILVA, F. L. et al. Study of the recovery and recycling of tailings from the concentration of iron ore for the production of ceramic. **Ceramics International**, v. 40, n. 10, p. 16085–16089, dez. 2014.
- DAS, S. K.; KUMAR, S.; RAMACHANDRARAO, P. Exploitation of iron ore tailing for the development of ceramic tiles. **Waste Management**, v. 20, p. 725–729, 2000.
- DONDI, M.; FABBRI, B.; GUARINI, G. Grain-size distribution of Italian raw materials for building clay products" a reappraisal of the Winkler diagram. **Clay Minerals**, v. 33, p. 435–442, 1998.
- DU, G. X. et al. Preparation of Construction Bricks from Iron Ore Tailings. **Advanced Materials Research**, v. 557–559, p. 839–844, jul. 2012.
- EL FGAIER, F. et al. Effect of sorption capacity on thermo-mechanical properties of unfired clay bricks. **Journal of Building Engineering**, v. 6, p. 86–92, jun. 2016.
- ELICHE-QUESADA, D. et al. The use of different forms of waste in the manufacture of ceramic bricks. **Applied Clay Science**, v. 52, n. 3, p. 270–276, maio 2011.
- FARIA, K. C. P.; GURGEL, R. F.; HOLANDA, J. N. F. Recycling of sugarcane bagasse ash waste in the production of clay bricks. **Journal of Environmental Management**, v. 101, p. 7–12, jun. 2012.
- FARIA, K. C. P.; HOLANDA, J. N. F. Incorporation of sugarcane bagasse ash waste as an alternative raw material for red ceramic. **Cerâmica**, v. 59, p. 473–480, 2013.
- FONTES, W. C. et al. Mortars for laying and coating produced with iron ore tailings from tailing dams. **Construction and Building Materials**, v. 112, p. 988–995, jun. 2016.
- GALOS, K. Composition and ceramic properties of ball clays for porcelain stoneware tiles manufacture in Poland. **Applied Clay Science**, v. 51, n. 1–2, p. 74–85, jan. 2011.
- GORMAN, J. W.; HINMAN, J. E. Simplex Lattice Designs for Multicomponent Systems. **Technometrics**, v. 4, n. 4, p. 463, nov. 1962.
- GUZMÁN, A. A. et al. Optimization of the technological properties of porcelain tile bodies containing rice straw ash using the design of experiments methodology. **Ceramics International**, v. 42, n. 14, p. 15383–15396, nov. 2016.
- HAJJAJI, M.; KACIM, S.; BOULMANE, M. Mineralogy and firing characteristics of a clay from the valley of Ourika (Morocco). **Applied Clay Science**, v. 21, p. 203–212, 2002.
- KARAMAN, S.; ERSAHIN, S.; GUNAL, H. Firing temperature and firing time influence on mechanical and physical properties of clay bricks. **Journal of Scientific & Industrial Research**, v. 65, p. 153–159, 2006.
- KREIMEYER, R. Some Notes on the Firing Colour of Clay Bricks. **Applied Clay Science**, v. 2, p. 175–183, 1987.
- KULOKAS, M.; KAZYS, R.; MAZEIKA, L. Non-Destructive Evaluation of Green Ceramic Body Density by Ultrasonic Technique. **Electronics and Electrical Engineering**, v. 5, p. 71–76, 2011.

- MA, B. et al. Utilization of iron tailings as substitute in autoclaved aerated concrete: physico-mechanical and microstructure of hydration products. **Journal of Cleaner Production**, v. 127, p. 162–171, jul. 2016.
- MAHMOUDI, S. et al. Characterization, firing behavior and ceramic application of clays from the Gabes region in South Tunisia. **Applied Clay Science**, v. 135, p. 215–225, jan. 2017.
- MAHMOUDI, S.; SRASRA, E.; ZARGOUNI, F. The use of Tunisian Barremian clay in the traditional ceramic industry: Optimization of ceramic properties. **Applied Clay Science**, v. 42, n. 1–2, p. 125–129, 2008.
- MARSIGLI, M.; DONDI, M. Plasticità delle Argille Italiane per Laterizi e Previsione del Loro Comportamento in Foggia. **L'Industria dei Laterizi**, v. 46, p. 214–222, 1997.
- MENDES, B. C. et al. Effect of the Incorporation of Iron Ore Tailings on the Properties of Clay Bricks. In: **Characterization of Minerals, Metals, and Materials**. [s.l]: Springer. p. 617–627.
- MENEZES, R. R. et al. Optimization of wastes content in ceramic tiles using statistical design of mixture experiments. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, n. 16, p. 3027–3039, dez. 2008.
- MILHEIRO, F. A. C. et al. Densification behaviour of a red firing Brazilian kaolinitic clay. **Ceramics International**, v. 31, n. 5, p. 757–763, jan. 2005.
- MONTEIRO, S. Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from Campos dos Goytacazes, Brazil. **Applied Clay Science**, v. 27, n. 3–4, p. 229–234, dez. 2004.
- MONTEIRO, S. N. et al. Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. **Construction and Building Materials**, v. 22, n. 6, p. 1281–1287, jun. 2008.
- MORAN, C. J. et al. Sustainability in mining, minerals and energy: new processes, pathways and human interactions for a cautiously optimistic future. **Journal of Cleaner Production**, v. 84, p. 1–15, dez. 2014.
- NGUN, B. K. et al. Some ceramic properties of clays from central Cambodia. **Applied Clay Science**, v. 53, n. 1, p. 33–41, jul. 2011.
- PAIXÃO, L. C. C. et al. Efeito da incorporação de lodo de ETA contendo alto teor de ferro em cerâmica argilosa. **Cerâmica**, v. 54, p. 63–76, 2008.
- PEDROTI, L. G. et al. Desenvolvimento de Massa Cerâmica para Blocos Queimados e Prensados. **Cerâmica Industrial**, v. 16, n. 1, p. 25–30, 2011.
- PRACIDELLI, S.; MELCHIADES, F. G. Importância da composição granulométrica de massas para a cerâmica vermelha. **Cerâmica Industrial**, v. 02, p. 31–35, 1997.
- RANÄNGEN, H.; LINDMAN, Å. A path towards sustainability for the Nordic mining industry. **Journal of Cleaner Production**, v. 151, p. 43–52, maio 2017.
- RIZOV, B. Phase transformations from goethite to hematite and thermal decomposition in various nickeliferous laterite ores. **Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy**, v. 47, n. 2, p. 207–210, 2012.
- ROY, S.; ADHIKARI, G. R.; GUPTA, R. N. Use of gold mill tailings in making bricks: a feasibility study. **Waste Management & Research**, v. 25, n. 5, p. 475–482, 2 out. 2007.
- SAMARA, M.; LAFHAJ, Z.; CHAPISEAU, C. Valorization of stabilized river sediments in

- fired clay bricks: Factory scale experiment. **Journal of Hazardous Materials**, v. 163, n. 2–3, p. 701–710, abr. 2009.
- SCARPINI, V. et al. Effect of the Dry Bulk Density on the Fired Properties of Clayey Ceramics. **Materials Science Forum**, v. 727–728, p. 988–992, ago. 2012.
- SCHEFFÉ, H. Experiments with Mixtures. **Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Methodological)**, v. 20, n. 2, p. 344–360, jul. 1958.
- SEMIZ, B. Characteristics of clay-rich raw materials for ceramic applications in Denizli region (Western Anatolia). **Applied Clay Science**, v. 137, p. 83–93, mar. 2017.
- SOUZA, A. E. et al. Reuse of sugarcane bagasse ash (SCBA) to produce ceramic materials. **Journal of Environmental Management**, v. 92, n. 10, p. 2774–2780, out. 2011.
- SOUZA, C. C.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Alterações microestruturais de cerâmica argilosa incorporada com rejeito de minério de ferro. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 13, n. 1, p. 194–202, mar. 2008.
- SOUZA, C. C. DE. **Efeito da incorporação de resíduo de minério de ferro nas propriedades e na microestrutura de cerâmica argilosa do município de Campos dos Goytacazes**. [s.l.] Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 2007.
- SUTCU, M. et al. Thermal performance optimization of hollow clay bricks made up of paper waste. **Energy and Buildings**, v. 75, p. 96–108, jun. 2014.
- SUTCU, M. et al. Characteristics of fired clay bricks with waste marble powder addition as building materials. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 1–8, 2015.
- TORRES, P. et al. Incorporation of wastes from granite rock cutting and polishing industries to produce roof tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 29, n. 1, p. 23–30, jan. 2009.
- TOST, M. et al. The state of environmental sustainability considerations in mining. **Journal of Cleaner Production**, v. 182, p. 969–977, maio 2018.
- UKWATTA, A.; MOHAJERANI, A. Characterisation of fired-clay bricks incorporating biosolids and the effect of heating rate on properties of bricks. **Construction and Building Materials**, v. 142, p. 11–22, jul. 2017.
- VIEIRA, C. M. F. et al. Incorporation of fine steel sludge waste into red ceramic. **Materials Science and Engineering: A**, v. 427, n. 1–2, p. 142–147, jul. 2006.
- VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Effect of grog addition on the properties and microstructure of a red ceramic body for brick production. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 8, p. 1754–1759, ago. 2007.
- WANG, C. et al. Preparation and properties of autoclaved aerated concrete using coal gangue and iron ore tailings. **Construction and Building Materials**, v. 104, p. 109–115, fev. 2016.
- XIONG, C. et al. Use of grounded iron ore tailings (GIOTs) and BaCO₃ to improve sulfate resistance of pastes. **Construction and Building Materials**, v. 150, p. 66–76, set. 2017.
- YANG, C. et al. Characteristics of the fired bricks with low-silicon iron tailings. **Construction and Building Materials**, v. 70, p. 36–42, nov. 2014.
- YAO, R. et al. Preparation and characterization of novel glass–ceramic tile with microwave absorption properties from iron ore tailings. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**,

v. 378, p. 367–375, mar. 2015.

ZHAO, S.; FAN, J.; SUN, W. Utilization of iron ore tailings as fine aggregate in ultra-high performance concrete. **Construction and Building Materials**, v. 50, p. 540–548, jan. 2014.

ZOUAOUI, H. et al. Structure, microstructure and mechanical features of ceramic products of clay and non-plastic clay mixtures from Tunisia. **Applied Clay Science**, v. 135, p. 112–118, jan. 2017.

ZOUAOUI, H.; BOUAZIZ, J. Physical and mechanical properties improvement of a porous clay ceramic. **Applied Clay Science**, v. 150, p. 131–137, dez. 2017.

ARTIGO 2.

CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, MECÂNICA E AMBIENTAL DE BLOCOS CERÂMICOS DE VEDAÇÃO PRODUZIDOS A PARTIR DE REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO

Resumo:

A incorporação do rejeito de minério de ferro, oriundo do acidente ocorrido na Barragem de Fundão (MG), como matéria prima para a produção de blocos cerâmicos para vedação configura uma nova alternativa para reutilizar o resíduo e, portanto, agregar sustentabilidade ao setor mineral e à construção civil. Para atestar a viabilidade técnica e ambiental do novo produto, deve-se avaliar as suas propriedades físico-mecânicas e os efeitos provocados ao meio ambiente. O objetivo deste trabalho foi caracterizar física, mecânica e ambientalmente blocos cerâmicos produzidos a partir da composição ótima definida em estudo prévio (29,1% de rejeito de minério de ferro; 40,9% de argila cinza; 30,0% de argila amarela). As peças foram conformadas por prensagem e extrusão, em escala laboratorial. Adotou-se temperatura de sinterização igual a 950°C, em consequência das conclusões obtidas no Artigo 1. Após a queima, os exemplares foram caracterizados quanto à retração linear na queima, porosidade aparente, densidade e massa específica aparentes, absorção d'água e resistência à compressão axial. Os resultados experimentais foram confrontados com os valores estimados por meio dos modelos numéricos definidos no Artigo 1. Para a caracterização ambiental, foram realizados os ensaios de solubilização e lixiviação em amostras de bloco com o rejeito de minério de ferro, e amostras de bloco comercial, produzido pela empresa fornecedora das argilas utilizadas na presente pesquisa. Os resultados foram comparados com os limites máximos estipulados pela ABNT NBR 10004: 2004 para classificação dos materiais como “não perigosos”. Foi constatado que a mistura ótima definida demonstrou melhor comportamento em relação à imobilização de metais, e pode ser classificada como não tóxica e não inerte. Por meio deste estudo, pode-se comprovar que o bloco desenvolvido apresenta potencial para ser comercializado e aplicado em edificações, uma vez que o produto atende aos requisitos técnicos e ambientais.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento econômico, grau de industrialização, taxas de urbanização e o crescimento populacional estão intimamente relacionados ao aumento da geração de resíduos sólidos em todo o mundo, sobretudo nos países desenvolvidos (CHEN, 2018; GUERRERO; MAAS; HOGLAND, 2013; WORLD BANK, 2012). Estes materiais podem ser classificados em duas categorias: resíduos sólidos municipais e industriais. Os resíduos sólidos municipais são aqueles descartados em zonas urbanas, como o lixo doméstico e de estabelecimentos comerciais. Já os resíduos industriais, como o próprio termo sugere, são originados em indústrias (CHEN, 2018).

De modo geral, os resíduos sólidos industriais estão associados a compostos mais perigosos, como metais potencialmente tóxicos, apresentando riscos maiores à saúde da população e ao meio ambiente (MBULIGWE; KASEVA, 2006). Além disso, são produzidos em quantidades consideráveis. Isso dificulta a disposição final, devido à demanda de grandes áreas, e o manejo (NGOC; SCHNITZER, 2009). Um exemplo é a indústria de produção de minério de ferro. De acordo com dados do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT, 2016), para cada tonelada de minério de ferro processado no Brasil, são produzidos 400 kg de rejeitos, resultantes da etapa de beneficiamento. No ano de 2016, a produção de minério de ferro no país alcançou cerca de 350 milhões de toneladas (VALE, 2017), gerando um montante de aproximadamente 140 milhões de toneladas de rejeito.

Tendo em vista a alta quantidade de resíduos sólidos industriais produzida e os impactos causados por uma destinação incorreta, aumenta-se a pressão, por parte das autoridades, em gerir estes materiais de maneira mais sustentável (SONG; LI; ZENG, 2015). Sistemas de gestão e manejo têm sido desenvolvidos, com o intuito de se obter soluções compatíveis do ponto de vista técnico e economicamente viáveis para a minimização, tratamento e descarte de resíduos. Uma das tendências recentes é a reciclagem ou reutilização de materiais descartados no desenvolvimento de novos produtos ou em tecnologias já existentes (KUMAR; KUMAR; BANDOPADHYAY, 2006).

Uma boa alternativa é a incorporação de resíduos na indústria da construção civil. Dessa forma, pode-se substituir as matérias primas tradicionais por materiais suplementares de maneira rentável, garantindo uma gestão ambientalmente correta (PAPPU; SAXENA; ASOLEKAR, 2007). No entanto, há uma preocupação pública no que diz respeito à utilização dos materiais de construção feitos a partir de resíduos, uma vez que substâncias tóxicas e perigosas podem ser incorporadas à edificação. Além disso, tais substâncias podem ser liberadas ao ambiente, provocando a poluição da água e do solo e causando danos à saúde humana. Portanto, faz-se necessário uma avaliação ambiental dos novos materiais antes que sejam utilizados como produtos comerciais (UKWATTA; MOHAJERANI, 2017; VAN DER SLOOT; KOSSON, 2012).

Essa avaliação pode ser feita por meio dos ensaios de lixiviação e solubilização, aplicados por diversos autores em amostras de materiais de construção produzidos com a adição de resíduos industriais (ALONSO-SANTURDE et al., 2011; BASEGIO et al., 2002; DONDI et al., 2002; FILIBELI; BUYUKKAMACI; SENOL, 2000; LAURSEN et al., 2006). A partir da obtenção de extratos lixiviados e solubilizados pode-se

determinar a concentração de elementos, sobretudo de metais pesados (provenientes do rejeito ou das argilas), presentes em solução ou suspensão. De modo geral, os metais pesados que podem causar danos à saúde humana são: arsênio (cancerígeno), cádmio (teratogênico), cromo (cancerígeno), chumbo (teratogênico), mercúrio (teratogênico) e níquel (possivelmente cancerígeno e teratogênico) (CUSIDÓ; CREMADES, 2012). A norma brasileira NBR 10004 (ABNT, 2004) estabelece os limites de concentrações permitidos para os elementos supracitados. Quando a quantidade de qualquer um dos contaminantes for superior aos valores constantes na normatização, com base no ensaio de lixiviação, o material sólido deve ser caracterizado como tóxico. A verificação das concentrações, portanto, é importante do ponto de vista da segurança ambiental e humana.

A incorporação de resíduos sólidos industriais em materiais cerâmicos à base de argila é uma opção tecnológica interessante, uma vez que a etapa de queima do processo de fabricação da cerâmica pode promover a eliminação de elementos e compostos potencialmente tóxicos por meio da volatilização, reações químicas e estabilização na fase vítrea formada (PINATTI et al., 2006). Em vista disso, essa alternativa tem sido largamente estudada no âmbito científico (CORONADO; SEGADÃES; ANDRÉS, 2014; MONTEIRO; VIEIRA, 2014; PEDROTI et al., 2012; SAMARA; LAFHAJ; CHAPISEAU, 2009; ZHANG, 2013).

Vieira et al. (2006) investigaram a adição de resíduos de lama de aço em massas cerâmicas para a produção de blocos e telhas. Sutcu e Akkurt (2009) utilizaram materiais descartados, resultantes do processamento de papel reciclado, na fabricação de blocos cerâmicos porosos, leves e com baixa condutividade térmica. Vieira et al. (2016) avaliaram a viabilidade técnica do uso de resíduo de vidro de lâmpadas fluorescentes em cerâmica vermelha. A avaliação ambiental também foi realizada, por meio de testes de lixiviação e solubilização das cerâmicas queimadas, permitindo classificar o material obtido como não perigoso e não inerte. Yang et al. (2014) realizaram a caracterização de blocos produzidos a partir da incorporação de cinza volante e rejeitos de minério de ferro com baixo teor de sílica. Os resultados indicam que as características físicas dos exemplares queimados foram conformes com as especificações chinesas, tornando promissora a aplicação destes dois materiais.

Considerando toda a questão ambiental relacionada ao manejo de resíduos sólidos industriais e seu reaproveitamento em novos materiais, a presente pesquisa tem por objetivo o desenvolvimento e o estudo de um novo bloco cerâmico de vedação a partir da incorporação de rejeito de minério de ferro, cuja composição foi determinada

no artigo anterior. Este estudo envolve a caracterização física e mecânica do produto, comparando com os resultados preditos por meio de equações matemáticas; e a avaliação ambiental, a fim de garantir não só sua qualidade técnica, mas também segurança quanto à possível contaminação do meio por metais pesados.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

No trabalho anterior, definiu-se a composição ótima para a produção de blocos cerâmicos a partir de dois materiais argilosos (AC e AA) e o rejeito de minério de ferro (RMF). Os mesmos materiais foram utilizados para o desenvolvimento desta segunda parte da pesquisa.

O rejeito foi coletado no município de Barra Longa, MG (coordenadas 20°17'15,324"S, 43°4'12,72"O), em um aterro a céu aberto. Já os materiais argilosos foram fornecidos por uma indústria de cerâmica vermelha situada no município de Visconde do Rio Branco, MG.

Após a coleta e transporte para o Laboratório de Materiais de Construção da Universidade Federal de Viçosa, as matérias primas foram expostas para secagem ao ar e destorroadas. Procedeu-se ao peneiramento utilizando a peneira ASTM 50 mesh (abertura de 0,300 mm).

2.2. Produção e caracterização dos exemplares

Conformação por prensagem

De posse da proporção considerada ideal entre os três componentes (29,1% RMF, 40,9% AC e 30,0% AA), preparou-se a mistura e esta foi submetida à secagem em estufa, sob temperatura de $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ e por um período de 24 horas, para a perda da umidade presente. Posteriormente, a mistura foi retirada da estufa e adicionou-se a quantidade de água de acordo com o teor de umidade definido anteriormente, igual a 10%. Após a completa homogeneização, iniciou-se a produção de quinze corpos de prova, conformados por prensagem uniaxial através de uma prensa hidráulica da marca *Nowak*. Adotou-se formato cilíndrico, com dimensões aproximadas de (3,0 x 5,0) cm (diâmetro x altura), para que a resistência à compressão axial pudesse ser avaliada.

Segundo Baumann e Keller (1975) e Kulokas, Kazys e Mazeika (2011), a densidade dos exemplares no estado verde está intimamente relacionada à resistência mecânica desenvolvida após a queima. Dessa forma, o ideal é que os corpos cerâmicos apresentem densidade aparente na faixa de 1,8 a 2,1 g/cm³ após a conformação. Nesse estudo, desejou-se avaliar o efeito da densidade no estado verde nas propriedades dos corpos de prova após a queima. Os exemplares foram produzidos, então, a partir de massas e cargas de prensagem variáveis, entre 3 e 5 tf (40-70 MPa).

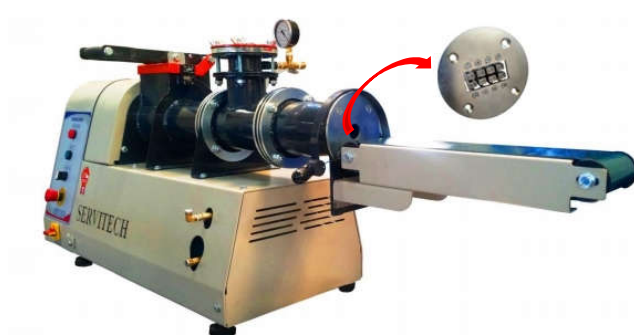
Após a prensagem, os corpos de prova foram secos em temperatura ambiente por 48 horas e em seguida levados para secagem em estufa, a 105 ± 5°C. Após 24h, os corpos de prova foram retirados para pesagem e medição das dimensões no estado seco, possibilitando a determinação das propriedades de densidade aparente a seco e retração linear na queima.

Conformação por extrusão

Para a extrusão, a mistura foi preparada e submetida à secagem em estufa a 105 ± 5°C, por um período de 24 h. Após esse procedimento, adicionou-se quantidade de água suficiente para conferir plasticidade à massa e possibilitar um bom processamento da mesma na etapa de conformação. A umidade considerada adequada foi igual a 29,77%.

Posteriormente à preparação da massa cerâmica iniciou-se o processo de extrusão, por meio de maromba à vácuo, modelo CT-12083, marca *Servitech*. Vinte e um exemplares no formato de blocos furados foram produzidos, com dimensões (3,4 x 7,2 x 11,0) cm. Ressalta-se que apenas sete (escolhidos aleatoriamente) foram considerados para a determinação das propriedades após a queima. Na Figura 2.1 é mostrado o equipamento utilizado, com destaque para a matriz de conformação que confere o formato à peça.

Figura 2.1 – Mini-extrusora utilizada para a conformação dos exemplares por extrusão, com destaque para o formato da matriz utilizada.



Fonte: Manual de Instruções Servitech (adaptado).

Após a produção dos corpos de prova, estes foram submetidos à secagem ao ar por um período de 72 horas (Figura 2.2). Posteriormente, foram levados à estufa para secagem sob temperatura de $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$, por um período de 24 h. Em seguida, realizou-se a pesagem e a determinação do comprimento dos corpos de prova no estado seco, informação necessária para o cálculo da retração linear na queima.

Figura 2.2 – Exemplos conformados por extrusão após a etapa de secagem ao ar.



Fonte: O autor.

Queima e caracterização dos exemplares

Após a produção dos corpos de prova, tanto por prensagem como por extrusão, procedeu-se à etapa de queima, realizada no forno laboratorial da marca *LINN*, modelo *Elektro Term*. Adotou-se temperatura de queima igual a 950°C . A taxa de aquecimento foi de $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$, sendo que a temperatura foi mantida constante por 2 horas a 600°C e por 3 horas no valor máximo. Este primeiro patamar é necessário para garantir a desidroxilação da estrutura reticular, ou seja, a perda da água de constituição que ocorre entre 550°C e 600°C (BHATNAGAR; GOEL, 2002). Adotou-se o intervalo de 3 horas sob a temperatura de pico porque, segundo Hajjaji, Kacim e Boulmane (2002), a retração linear é praticamente constante para esta duração. Além disso, garante-se que o interior do corpo de prova atinja a temperatura desejada. Na Figura 2.3 são mostradas imagens dos exemplares de ambos os formatos após a queima.

Figura 2.3 – Exemplos extrudado e prensado após a queima.



Fonte: O autor.

Os corpos de prova queimados – conformados por prensagem e extrusão - foram caracterizados quanto à: retração linear na queima, sendo medidas as dimensões nos estados queimado e seco por meio de um escalímetro digital (precisão 0,01 mm); absorção d’água, de acordo com as prescrições da NBR 15270-2 (ABNT, 2017) para imersão em água fria; porosidade aparente, com o auxílio de balança hidrostática para obtenção da massa imersa; densidade aparente (prensados); massa específica aparente (extrudados); e resistência à compressão axial, utilizando prensa *Marshall*. Na Tabela 2.1 são apresentadas as equações utilizadas para os cálculos das propriedades supracitadas.

No caso dos exemplares conformados por extrusão, anteriormente à compressão fez-se a regularização das faces superior e inferior por meio de capeamento com argamassa. Todo o procedimento feito para a determinação da resistência à compressão seguiu as prescrições da NBR 15270-2 (ABNT, 2017).

Tabela 2.1 – Equações utilizadas para a determinação das propriedades dos exemplares após a queima.

Propriedade	Equação
Retração linear na queima	$R(\%) = \frac{h_s - h_q}{h_s} \times 100$
Absorção d’água	$A(\%) = \frac{m_{sss} - m_s}{m_s} \times 100$
Porosidade aparente	$P(\%) = \frac{m_{sss} - m_s}{m_{sss} - m_i} \times 100$
Densidade aparente	$d (g / cm^3) = \frac{m_s}{V}$
Massa específica aparente	$MEA (g / cm^3) = \frac{m_s}{m_{sss} - m_i}$
Resistência à compressão axial	$\sigma (MPa) = \frac{P}{A}$

Sendo:

h_q a dimensão do corpo de prova após a queima (prensado: altura; extrudado: comprimento);

h_s a dimensão do corpo de prova no estado seco (prensado: altura; extrudado: comprimento);

m_{sss} a massa do corpo de prova no estado saturado superfície seca;

m_s a massa do corpo de prova no estado seco (pós queima);

m_i a massa do corpo de prova imerso em água;

V o volume do corpo de prova seco;

P a força aplicada até a ruptura do exemplar;

A a área da seção transversal do exemplar submetido à ruptura.

2.3. Caracterização ambiental

A caracterização ambiental, em termos de solubilização e lixiviação, foi realizada em amostras de blocos queimados feitos a partir da composição ótima, conforme descrito acima, e de blocos produzidos com a mistura aplicada na indústria cerâmica, onde foram coletadas as matérias primas argilosas. Dessa forma, pode-se avaliar a periculosidade ambiental do bloco feito com o rejeito de minério de ferro tendo como base um produto já comercializado. A seguir, serão descritos os procedimentos necessários para a obtenção dos extratos lixiviado e solubilizado, bem como para a análise da concentração de elementos, sobretudo metais pesados. Vale ressaltar que os ensaios prescritos pela normatização brasileira foram aplicados mesmo sendo designados para a avaliação de resíduos sólidos, e não materiais de construção; não há uma regulamentação própria direcionada a tais materiais no Brasil.

Solubilização

O ensaio de solubilização foi utilizado para classificar o material como inerte ou não-inerte, segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004). A obtenção do extrato solubilizado dos blocos produzidos foi feita de acordo com o procedimento exposto na norma NBR 10006 (ABNT, 2004b). Inicialmente, uma amostra dos blocos foi selecionada e triturada, de modo que o material resultante passasse na peneira com abertura 9,5 mm (ASTM 3/8 mesh). A amostra foi transferida para um béquer com capacidade para 1000 ml. Então, adicionou-se água destilada e desionizada até completar o volume de 1000 ml. Procedeu-se à agitação em baixa velocidade, no intuito de solubilizar a maior quantidade de grãos sólidos possível. Após esse processo, o béquer foi coberto com filme de PVC, permanecendo em repouso sob temperatura ambiente por 7 dias (Figura 2.4).

Percorrido o período de 7 dias, a solução foi filtrada com auxílio de membrana filtrante de 0,45 μm de porosidade. O filtrado obtido, definido como o extrato solubilizado, foi levado ao Laboratório de Espectrofotometria de Absorção Atômica (Departamento de Solos – UFV) para a análise dos parâmetros – concentrações de arsênio, chumbo, cromo, ferro, alumínio, manganês, zinco, cobre e níquel. A escolha destes elementos foi baseada na composição química das matérias primas utilizadas na confecção dos blocos, obtida por meio da técnica de fluorescência de raios X (FRX). A análise foi feita segundo o método ICP, no equipamento *ICP – Optima 8300 DV Perkin*

Elmer, conforme descrito no USEPA – SW 846 – Métodos de ensaio para avaliação de resíduos sólidos.

Figura 2.4 – Ensaio de solubilização feito com a amostra de blocos sem rejeito (primeiro dia de repouso).



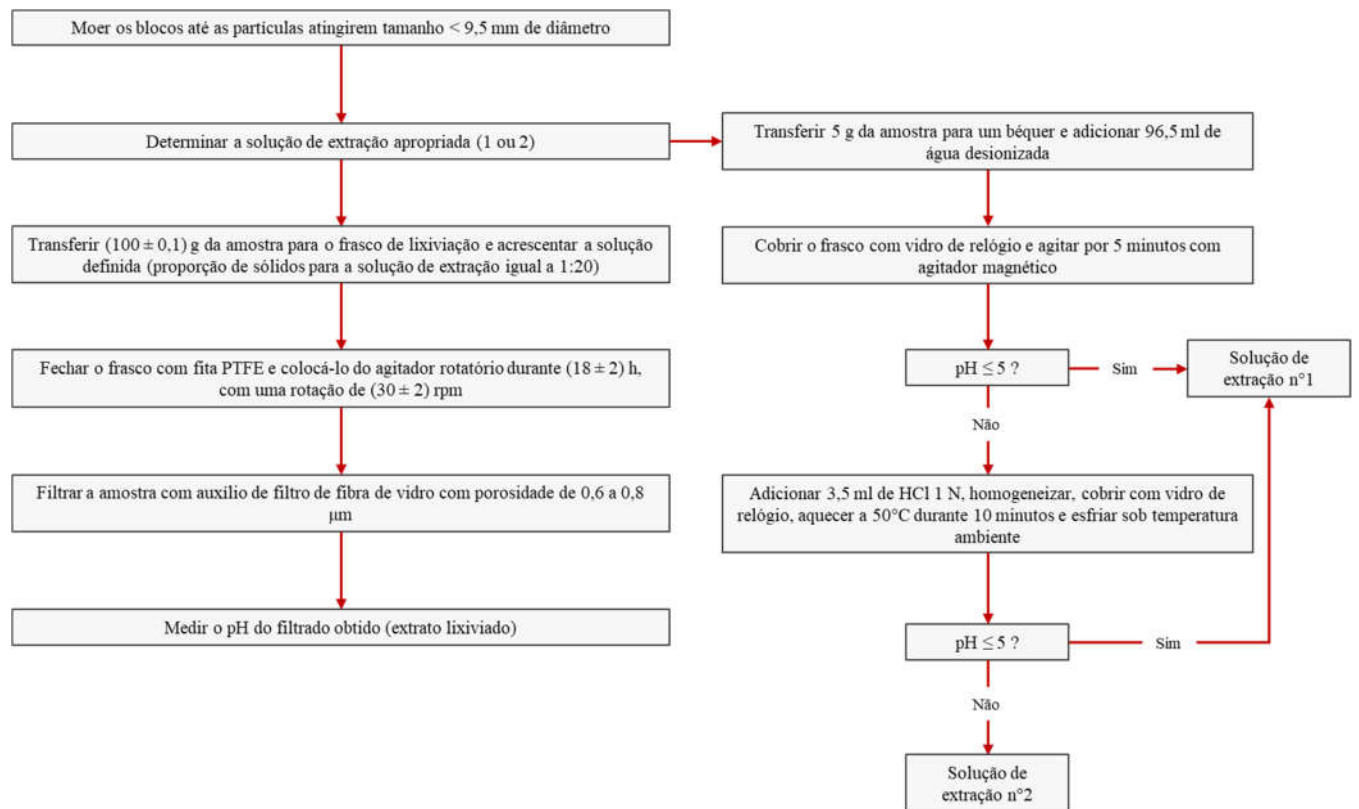
Fonte: O autor.

Lixiviação

A lixiviação de metais pesados e outros elementos dos blocos cerâmicos foi determinada de acordo com o procedimento estabelecido pela norma NBR 10005 (ABNT, 2004c) para a lixiviação de não-voláteis em amostras com teor de sólidos igual a 100%. Este ensaio permitiu classificar os materiais avaliados como não tóxicos ou tóxicos (com periculosidade). As etapas para obtenção do extrato lixiviado são mostradas no fluxograma a seguir (Figura 2.5). Na Figura 2.6 são apresentadas imagens do processo realizado.

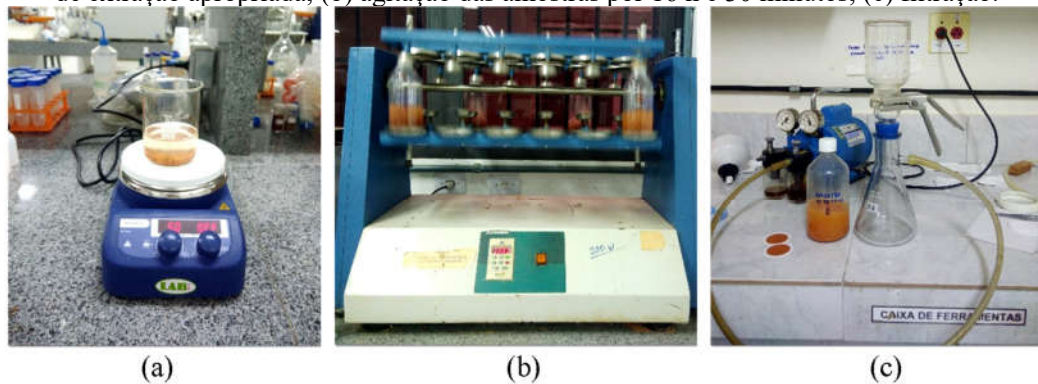
Após a obtenção do extrato lixiviado, este foi levado ao Laboratório de Espectrofotometria de Absorção Atômica no Departamento de Solos (UFV) para a análise dos parâmetros. Alíquotas foram retiradas e analisadas de acordo com o método ICP, no equipamento *ICP – Optima 8300 DV Perkin Elmer*, seguindo os procedimentos estabelecidos no USEPA – SW 846. Os elementos considerados na análise foram arsênio, chumbo, e cromo, de acordo com a composição química das matérias primas. Outros metais como ferro, alumínio, zinco, níquel e cobre também foram quantificados, mesmo que não haja limites máximos de concentração constantes na NBR 10004 (ABNT, 2004) para a avaliação quanto à lixiviação.

Figura 2.5 – Procedimentos para obtenção do extrato lixiviado, segundo a NBR 10005 (ABNT, 2004).



Fonte: O autor.

Figura 2.6 – Imagens do processo de obtenção do extrato lixiviado: (a) determinação da solução de extração apropriada; (b) agitação das amostras por 16 h e 30 minutos; (c) filtração.



Fonte: O autor.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

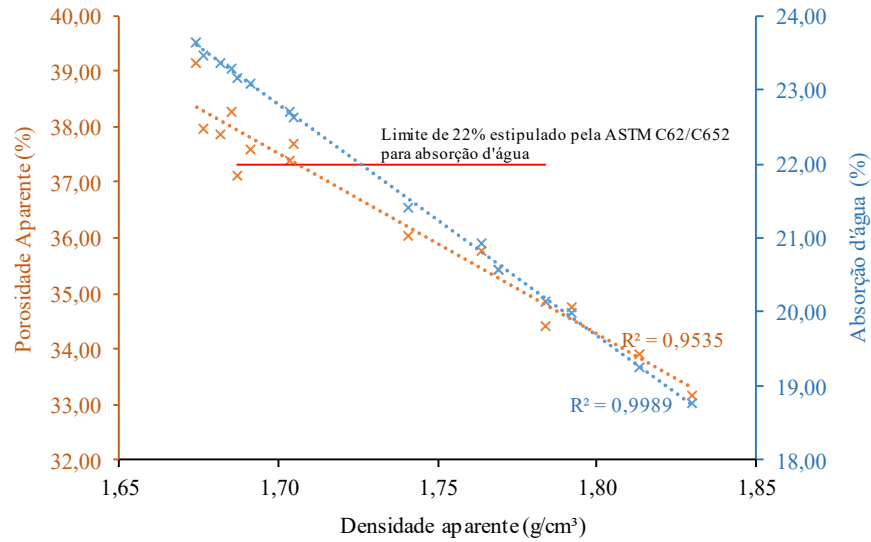
3.1. Caracterização dos exemplares

Conformação por prensagem

Nas Figuras 2.7 e 2.8 são apresentados, graficamente, os resultados obtidos para as propriedades de absorção d'água, porosidade aparente e resistência à compressão

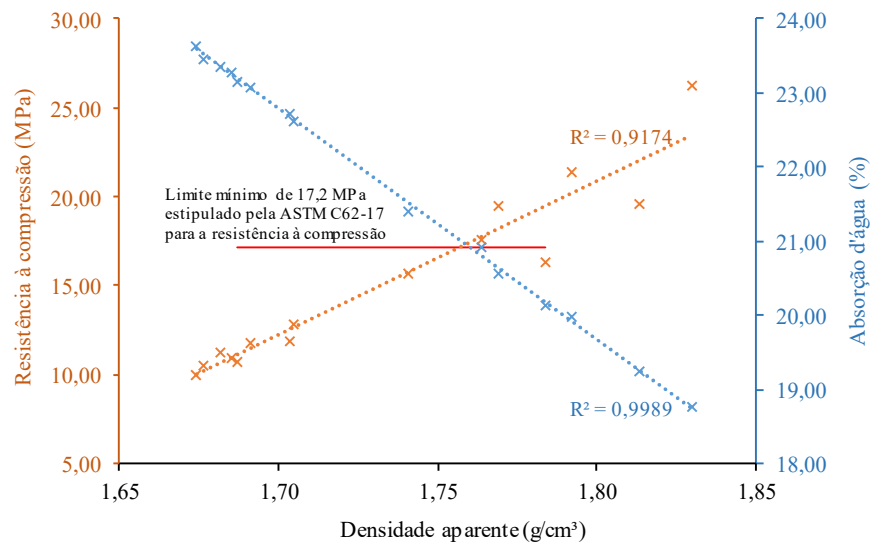
axial, em função da densidade aparente pós queima. Na Tabela 2.2 são mostrados os valores individuais relacionados a cada propriedade supracitada, incluindo ainda os resultados da retração linear na queima e densidade aparente a seco.

Figura 2.7 – Gráfico que relaciona as propriedades de absorção d'água e porosidade aparente com a densidade aparente dos exemplares após a queima.



Fonte: O autor.

Figura 2.8 – Gráfico que relaciona as propriedades de absorção d'água e resistência à compressão com a densidade aparente dos exemplares após a queima.



Fonte: O autor.

Observa-se, por meio dos resultados obtidos, que as propriedades de absorção d'água, porosidade aparente e resistência à compressão estão fortemente relacionadas à densidade aparente do corpo de prova cerâmico após a queima. A variação da densidade

aparente no estado verde, na etapa de produção dos exemplares, foi proposital justamente para verificar e confirmar tal influência. A partir dos gráficos nota-se que as correlações entre as variáveis podem ser explicadas através de modelos lineares, cujos coeficientes de determinação (R^2) apresentam valores elevados, próximos a 1.

Tabela 2.2 – Resultados obtidos para os exemplares conformados por prensagem.

Exemplar	Densidade aparente a seco (g/cm³)	Densidade aparente pós queima (g/cm³)	Retração linear na queima (%)	Absorção d'água (%)	Porosidade aparente (%)	Resistência à compressão (MPa)
MO1	1,879	1,784	1,633	20,13	34,43	16,32
MO2	1,915	1,813	1,663	19,26	33,91	19,61
MO3	1,932	1,830	1,718	18,76	33,15	26,20
MO4	1,855	1,764	1,717	20,91	35,78	17,63
MO5	1,834	1,741	1,710	21,41	36,04	15,73
MO6	1,793	1,703	1,621	22,71	37,40	11,92
MO7	1,767	1,676	1,700	23,45	37,96	10,55
MO8	1,783	1,691	1,616	23,08	37,60	11,81
MO9	1,774	1,685	1,707	23,27	38,27	10,91
MO10	1,771	1,682	1,704	23,35	37,87	11,24
MO11	1,886	1,792	1,728	19,98	34,76	21,37
MO12	1,869	1,769	1,728	20,57	35,42	19,51
MO13	1,797	1,705	1,704	22,63	37,70	12,80
MO14	1,764	1,674	1,679	23,64	39,16	9,97
MO15	1,777	1,687	1,643	23,16	37,10	10,73

Maiores valores de densidade aparente após a queima implicam em uma matriz vítrea com menor incidência de vazios. Conseqüentemente, ocorre a redução do índice de absorção d'água e porosidade aparente. A absorção d'água é um fator que influencia fortemente a durabilidade de peças cerâmicas; ou seja, quanto maior é o índice de absorção d'água, menor é a durabilidade (SUTCU et al., 2015). Dessa forma, a densidade aparente deve ser tal que garanta um índice de absorção d'água adequado. A normatização ASTM C62 (ASTM, 2008) estabelece que o limite máximo para blocos cerâmicos furados seja 22%. Dos quinze exemplares produzidos, apenas sete apresentaram valores satisfatórios, cujas respectivas densidades foram superiores a 1,741 g/cm³.

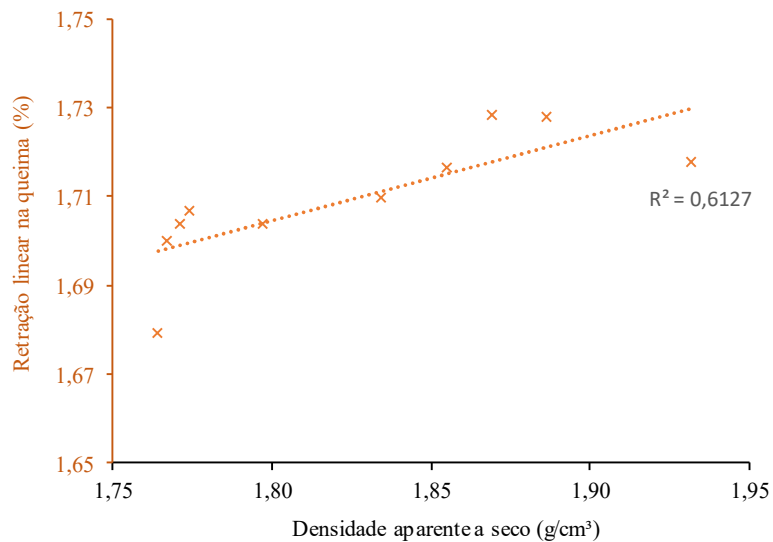
Em relação à resistência à compressão, observa-se que esta propriedade é inversamente proporcional à porosidade aparente. Como a porosidade diminui com o aumento da densidade, há menos pontos onde possa haver concentrações de tensões,

resultando em maiores valores de resistência mecânica. Tendo em vista o limite mínimo de resistência à compressão especificada pela ASTM C62 (ASTM, 2008), tanto para blocos maciços como furados, apenas cinco exemplares atenderam a este requisito, também com densidades superiores a 1,741 g/cm³.

A propriedade de retração linear na queima não está diretamente relacionada à densidade aparente pós queima. Os valores obtidos variaram de 1,616% a 1,728%, e podem ser considerados baixos devido à incorporação do rejeito de minério de ferro, material não plástico que atua no controle da retração (VIEIRA; MONTEIRO, 2007).

A densidade aparente a seco, por sua vez, influencia na retração linear pós queima. Por meio deste parâmetro, pode-se ter uma ideia a respeito dos níveis de compactação e empacotamento da massa cerâmica. Relacionando as duas propriedades (Figura 2.9), observa-se que maiores valores de retração linear estão associados a maiores valores de densidade a seco. De fato, quanto maior o grau de empacotamento, maior é o gradiente de umidade no interior de peças cerâmicas, resultando em maiores contrações volumétricas (PRACIDELLI; MELCHIADES, 1997).

Figura 2.9 – Gráfico que relaciona as propriedades retração linear na queima e densidade aparente a seco.



Fonte: O autor.

Para confrontar os resultados obtidos experimentalmente com os obtidos numericamente, por meio das equações desenvolvidas no Artigo 1, foram selecionados os sete corpos de prova com densidades aparentes iguais ou superiores a 1,741 g/cm³, que atenderam ao critério de absorção d'água. Considerando a temperatura de queima igual a 950°C, tem-se as seguintes equações para as propriedades avaliadas (Tabela 2.3):

Tabela 2.3 – Equações obtidas no delineamento experimental de misturas, para a temperatura de 950°C.

Propriedade	Equação	R ²
Retração linear na queima (%)	$y = -3,907 \cdot \text{RMF} + 4,687 \cdot \text{AC} + 3,585 \cdot \text{AA}$	95,83%
Densidade aparente pós queima (%)	$y = 1,448 \cdot \text{RMF} + 1,858 \cdot \text{AC} + 1,912 \cdot \text{AA} + 0,709 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} - 0,729 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	86,47%
Porosidade aparente (%)	$y = 99,7 \cdot \text{RMF} + 33,2 \cdot \text{AC} + 37,0 \cdot \text{AA} - 197,7 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} - 188,4 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} + 605 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	71,74%
Absorção d'água (%)	$y = 32,36 \cdot \text{RMF} + 17,19 \cdot \text{AC} + 15,74 \cdot \text{AA} - 23,29 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} + 20,41 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA}$	79,74%
Resistência à compressão (MPa)	$y = 87,5 \cdot \text{RMF} + 55,3 \cdot \text{AC} + 92,3 \cdot \text{AA} - 384,2 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} - 500,7 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AA} - 174,1 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} + 1390,4 \cdot \text{RMF} \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} + 188,9 \cdot \text{AC} \cdot \text{AA} \cdot (\text{AC} - \text{AA})$	99,99%

Considerando os percentuais de argila cinza (AC), argila amarela (AA) e rejeito de minério de ferro (RMF) iguais a 40,9%, 30,0% e 29,1%, respectivamente, pode-se determinar os valores estimados para cada propriedade. Os valores experimentais consistiram nas médias obtidas para os sete exemplares, após a eliminação dos *outliers* por meio da aplicação do teste de *Chauvenet*. Os resultados finais são mostrados na Tabela 2.4.

Observa-se que as diferenças percentuais (absolutas) entre os valores estimados e obtidos experimentalmente são inferiores a 8%, o que configura uma boa aproximação dos resultados. A propriedade cuja diferença foi mais expressiva é a retração linear na queima. Esta alta variação pode estar associada a erros cometidos durante as medições, quando do uso do escalímetro.

Tabela 2.4 – Comparação entre os valores estimados e obtidos experimentalmente para os exemplares prensados.

Propriedade	Valor estimado	Média experimental	Diferença (%)
Retração linear na queima (%)	1,856	1,710	-7,85
Densidade aparente pós queima (%)	1,750	1,785	2,00
Porosidade aparente (%)	35,32	34,78	-1,51
Absorção d'água (%)	20,90	20,15	-3,61
Resistência à compressão (MPa)	17,58	18,36	4,45

Experimentalmente, ocorreu a diminuição da retração linear na queima, porosidade aparente e absorção d'água, e aumento da resistência à compressão axial, o que é vantajoso para a aplicação em blocos cerâmicos. O pequeno aumento da densidade aparente pós queima pode justificar este comportamento.

Conformação por extrusão

Na Tabela 2.5 são apresentados os resultados obtidos para as propriedades de retração linear na queima, absorção d'água, porosidade aparente, massa específica aparente e resistência à compressão, correspondentes aos corpos de prova conformados por extrusão.

Tabela 2.5 – Resultados obtidos para os exemplares conformados por extrusão.

Exemplar	Retração linear na queima (%)	Absorção d'água (%)	Porosidade aparente (%)	Massa específica aparente (%)	Resistência à compressão (MPa)
MO1	2,808	20,86	36,66	1,757	5,18
MO2	2,121	20,85	36,80	1,765	4,46
MO3	2,112	20,65	36,46	1,766	3,35
MO4	2,227	20,75	36,57	1,763	4,41
MO5	2,084	21,43	37,25	1,738	3,57
MO6	1,979	21,23	37,14	1,749	3,89
MO7	2,769	20,84	36,56	1,754	5,01

Seguindo o procedimento anterior, pode-se comparar as médias obtidas para cada propriedade, experimentalmente, com os valores estimados por meio das equações mostradas na Tabela 2.3. Para o cálculo das médias aplicou-se o teste de *Chauvenet*, visando a eliminação dos *outliers*. Os resultados finais são expostos na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 – Comparação entre os valores estimados e obtidos experimentalmente para os exemplares extrudados.

Propriedade	Valor estimado	Média experimental	Diferença (%)
Retração linear na queima (%)	1,856	2,307	24,34
Absorção d'água (%)	20,90	20,94	0,21
Porosidade aparente (%)	35,32	36,78	4,14
Massa específica aparente (%)	1,692	1,759	3,99
Resistência à compressão (MPa)	17,58	4,27	-75,72

Analisando a Tabela 2.6, nota-se que as propriedades de retração linear na queima e resistência à compressão apresentaram os maiores valores de diferença percentual, iguais a 24,34% e -75,72%, respectivamente. Isso pode ser explicado pelo formato diferenciado dos exemplares extrudados, uma vez que o planejamento experimental que deu origem às equações foi desenvolvido a partir de corpos de prova cilíndricos. A mudança no formato influi fortemente na resistência mecânica das peças cerâmicas, uma vez que altera o seu modo de ruptura e, conseqüentemente, os pontos

concentradores de tensões. No caso dos corpos extrudados, com formato semelhante ao dos blocos reais, a existência dos furos e septos faz com que a ruptura aconteça no septo de menor espessura, no qual a concentração de tensão é maior. Esse modo de falha é distinto do que ocorre nas peças cilíndricas maciças, nas quais toda a área da seção transversal bruta é aproveitada. Portanto, conforme era esperado, a resistência à compressão dos exemplares maciços foi consideravelmente superior à dos exemplares vazados.

A diferença percentual observada para a retração linear na queima pode ser também atribuída ao fato de os valores medidos serem muito baixos. Dessa forma os erros absolutos, ainda que pequenos, são mais significativos quando expressos em porcentagem. Coronado, Segadães e Andrés (2014), que utilizaram o planejamento experimental de misturas em peças cerâmicas retangulares, obtiveram uma diferença percentual para esta propriedade igual a 22,73%, valor próximo ao calculado na presente pesquisa.

Em relação às demais propriedades, estas dependem fundamentalmente das características do material cerâmico e sofrem pouca influência com a mudança do formato da peça. Observa-se que novamente os valores estimados estiveram próximos aos obtidos experimentalmente. Destaca-se a propriedade de absorção d'água, cuja diferença percentual foi inferior a 0,5%.

Os resultados mostrados acima, tanto para os exemplares prensados como para os extrudados, comprovam a eficácia do planejamento experimental em rede Simplex para a predição de propriedades de peças cerâmicas, apesar da variabilidade e heterogeneidade associada ao material (MAGALHAES et al., 2005; SOUZA et al., 2013). Dessa forma, a metodologia pode ser aplicada com confiabilidade, e os modelos obtidos podem ser utilizados para selecionar quaisquer combinações dos componentes que atendam a propriedades finais específicas.

3.2. Caracterização ambiental

Nas Tabelas 2.7 e 2.8 estão apresentados os resultados obtidos na análise dos extratos solubilizados e lixiviados de amostras com o rejeito de minério de ferro (IOT) e amostras de bloco comercial. São mostrados, ainda, os limites máximos de concentração dos elementos para a classificação do resíduo como “não inerte” (solubilização) e “não perigoso” (lixiviação), segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004) e US EPA – Code of Federal Regulations (2012).

Tabela 2.7 – Concentrações dos elementos nos extratos solubilizados (todas as concentrações estão em mg/L).

Elemento	Limite estipulado pela ABNT NBR 10004 (2004)	Amostras	
		Bloco com IOT	Bloco comercial
As	0,01	0,0429	0,0594
Pb	0,01	n.d.	n.d.
Cr	0,05	n.d.	0,0005
Fe	0,3	0,1128	0,1606
Al	0,2	0,0943	0,4585
Mn	0,1	0,0679	0,0337
Zn	5,0	n.d.	n.d.
Cu	2,0	n.d.	n.d.

n.d.: não detectado

Tabela 2.8 – Concentrações dos elementos nos extratos lixiviados (todas as concentrações estão em mg/L).

Elemento	Limite estipulado pela ABNT NBR 10004 (2004)	Limite estipulado pelo US EPA (2012)	Amostras	
			Bloco com IOT	Bloco comercial
As	1,0	5,0	0,0142	0,0000
Pb	1,0	5,0	n.d.	n.d.
Cr	5,0	5,0	n.d.	0,0130
Fe	-	-	0,5040	0,7164
Al	-	-	1,7761	3,3245
Mn	-	-	0,1525	0,2872
Zn	-	-	0,8762	0,9636
Cu	-	-	0,0744	0,0210

n.d.: não detectado

Em relação aos extratos solubilizados, em ambas as amostras as concentrações foram inferiores aos limites máximos especificados pela NBR 10004 (ABNT, 2004), exceto para o elemento arsênio (As), cujo valor limite é igual a 0,01 mg/L. As concentrações correspondentes às amostras com rejeito e comercial foram 0,0429 mg/L e 0,0594 mg/L, respectivamente. Isto sugere que as reservas de água em contato direto com estes dois materiais não podem ser utilizadas para consumo humano, de acordo com o padrão de potabilidade definido pela Funasa (2001), e que ambos podem ser classificados como não inertes. Ressalta-se que, embora esteja acima do limite, a solubilização do arsênio foi inferior nos blocos com RMF, aspecto vantajoso para o produto.

Considerando os elementos cromo (Cr), ferro (Fe) e alumínio (Al), as concentrações obtidas para a amostra de bloco com rejeito de minério de ferro foram inferiores em relação à amostra de bloco comercial. Observa-se que a solubilização do alumínio nesta última foi acima do máximo permitido pela norma, cerca de 129% superior. Segundo Vieira et al. (2016), a questão do Al em materiais cerâmicos é

questionável, uma vez que este ocorre na forma de óxido, sobretudo como aluminossilicato. Não foram detectados os metais chumbo (Pb), zinco (Zn) e cobre (Cu) nas duas amostras avaliadas.

No que se refere à lixiviação, as normas especificam valores máximos apenas para os metais arsênio (As), chumbo (Pb) e cromo (Cr). As concentrações obtidas nas duas amostras foram inferiores aos limites determinados. A lixiviação do cromo foi inferior na amostra de bloco com RMF em relação à de bloco comercial. Considerando os elementos arsênio e cobre (Cu), observa-se o efeito contrário.

A lixiviação dos demais elementos foi mais pronunciada na amostra de bloco comercial. Isso indica que, do ponto de vista ambiental, os blocos produzidos com o rejeito de minério de ferro apresentaram melhor comportamento, ocorrendo uma boa imobilização dos metais (com exceção do arsênio e do cobre). Isso pode ser explicado pelo alto teor de óxido de ferro (Fe_2O_3) presente no rejeito de minério de ferro (26,393%) e, conseqüentemente, na mistura do bloco com o rejeito (29,1% de RMF). De acordo com Shukla et al. (2010), o óxido de ferro possui a capacidade de sorção e incorporação de metais pesados, e tem sido empregado na remoção de tais elementos de efluentes líquidos e residuais. Este efeito também foi observado por Munir et al. (2018), que realizaram o ensaio de lixiviação em blocos cerâmicos queimados. O tratamento térmico aplicado às cerâmicas (queima) também favorece a integração dos metais no interior das estruturas cristalinas dos óxidos ferrosos (incluindo a hematita), diminuindo consideravelmente a sua liberação (SORENSEN et al., 2000).

Segundo os resultados da análise, ambos os materiais, quando se tornarem resíduos da construção e demolição (RCD) ou de descarte de peças defeituosas, podem ser classificados como resíduos da Classe II A – não perigosos não inertes. Pode-se dizer que o bloco desenvolvido, mesmo com a incorporação de rejeito de minério de ferro, causa baixo impacto ambiental, não sendo agressivo ao meio e à saúde humana durante a vida útil dos elementos construídos a partir deste (alvenarias de vedação). A única ressalva é a aplicação dos blocos em reservatórios de água cuja alvenaria seja aparente.

4. CONCLUSÃO

Neste trabalho, foi realizada a caracterização física, mecânica e ambiental de exemplares cerâmicos produzidos a partir de dois materiais argilosos e com a incorporação de rejeito de minério de ferro. Em relação à avaliação ambiental, foram

investigados os níveis de lixiviação e solubilização de metais a partir de amostras de bloco com o rejeito e bloco já comercializado na região onde foi conduzido o presente estudo. De acordo com os resultados obtidos experimentalmente e as análises realizadas, conclui-se que:

- As propriedades de absorção d'água, porosidade aparente e resistência à compressão estão diretamente relacionadas com a densidade aparente pós queima das peças cerâmicas, sendo possível estabelecer modelos lineares com altos valores de coeficientes de determinação (R^2). Quanto maior a densidade aparente pós queima, melhor foi o comportamento dos exemplares;
- Apenas os corpos de prova cilíndricos com densidade aparente pós queima superior a $1,741 \text{ g/cm}^3$ atenderam ao critério de absorção d'água especificado pela ASTM C62 – 17. Portanto, em uma eventual produção de blocos cerâmicos a partir da composição proposta, o processo deve garantir que a densidade pós queima seja igual ou superior a este valor para que o produto apresente a qualidade técnica necessária;
- A comparação entre os valores obtidos experimentalmente e numericamente para as propriedades avaliadas atestou o uso do planejamento experimental de misturas como uma boa ferramenta para predição e otimização das características de peças cerâmicas;
- Considerando os extratos solubilizados, a amostra de bloco com rejeito apresentou concentrações dos metais inferiores aos valores máximos estabelecidos pela NBR 10004 (ABNT, 2004), com exceção do elemento arsênio (As). Pode-se concluir que ambos os materiais são classificados como não inertes. Destaca-se que a solubilização do arsênio foi superior na amostra de bloco comercial;
- Tomando como base a análise dos extratos lixiviados, as duas amostras atenderam aos limites máximos estipulados pela NBR 10004 (ABNT, 2004) e US EPA – Code of Federal Regulations (2012), de modo que os dois materiais podem ser classificados como “não perigosos”. Com exceção do arsênio (As) e cobre (Cu), houve maior imobilização dos elementos na amostra de bloco com rejeito;

- A massa cerâmica desenvolvida para a produção de blocos cerâmicos de vedação demonstrou bom desempenho mecânico e ambiental, caracterizando o rejeito de minério de ferro como uma potencial matéria prima no âmbito da indústria de cerâmica vermelha. Comprovou-se que é possível manter a qualidade técnica em um produto sustentável, que pode ser aplicado em uma edificação sem provocar danos ao meio ambiente no final da sua vida útil.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALONSO-SANTURDE, R. et al. Technological behaviour and recycling potential of spent foundry sands in clay bricks. **Journal of Environmental Management**, v. 92, n. 3, p. 994–1002, mar. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10004: Resíduos sólidos - Classificação**. Rio de Janeiro, 2004a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10006: Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10005: Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15270-2: Componentes cerâmicos - Blocos e tijolos para alvenaria. Parte 2: Métodos de ensaios**. Rio de Janeiro, 2017.

BASEGIO, T. et al. Environmental and technical aspects of the utilisation of tannery sludge as a raw material for clay products. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 22, n. 13, p. 2251–2259, dez. 2002.

BAUMANN, D.; KELLER, W. D. Bulk densities of selected dried natural and fired kaolin clays. **Clays and Clay Minerals**, v. 23, p. 424–427, 1975.

BHATNAGAR, J. M.; GOEL, R. K. Thermal changes in clay products from alluvial deposits of the Indo-Gangetic plains. **Construction and Building Materials**, v. 16, p. 113–122, 2002.

CHEN, Y.-C. Evaluating greenhouse gas emissions and energy recovery from municipal and industrial solid waste using waste-to-energy technology. **Journal of Cleaner Production**, v. 192, p. 262–269, ago. 2018.

CORONADO, M.; SEGADÃES, A. M.; ANDRÉS, A. Combining mixture design of experiments with phase diagrams in the evaluation of structural ceramics containing foundry by-products. **Applied Clay Science**, v. 101, p. 390–400, nov. 2014.

CUSIDÓ, J. A.; CREMADES, L. V. Environmental effects of using clay bricks produced with sewage sludge: Leachability and toxicity studies. **Waste Management**, v. 32, n. 6, p. 1202–1208, jun. 2012.

DONDI, M. et al. Orimulsion fly ash in clay bricks—part 3: chemical stability of ash-bearing products. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 22, p. 1749–1758, 2002.

FILIBELI, A.; BUYUKKAMACI, N.; SENOL, H. Solidification of tannery wastes. **Resources**,

Conservation and Recycling, v. 29, n. 4, p. 251–261, jun. 2000.

FUNASA. **Portaria nº 1.469/2000, de 29 de dezembro de 2000: aprova o controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade**. Brasília: Fundação Nacional de Saúde, 2001. 32 p.

GUERRERO, L. A.; MAAS, G.; HOGLAND, W. Solid waste management challenges for cities in developing countries. **Waste Management**, v. 33, n. 1, p. 220–232, jan. 2013.

HAJJAJI, M.; KACIM, S.; BOULMANE, M. Mineralogy and firing characteristics of a clay from the valley of Ourika (Morocco). **Applied Clay Science**, v. 21, p. 203–212, 2002.

IPT. **Rejeitos de mineração**. Disponível em: <http://www.ipt.br/noticias_interna.php?id_noticia=1043>. Acesso em: 23 jun. 2017.

KULOKAS, M.; KAZYS, R.; MAZEIKA, L. Non-Destructive Evaluation of Green Ceramic Body Density by Ultrasonic Technique. **Electronics and Electrical Engineering**, v. 5, p. 71–76, 2011.

KUMAR, S.; KUMAR, R.; BANDOPADHYAY, A. Innovative methodologies for the utilisation of wastes from metallurgical and allied industries. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 48, n. 4, p. 301–314, out. 2006.

LAURSEN, K. et al. Recycling of an industrial sludge and marine clay as light-weight aggregates. **Journal of Environmental Management**, v. 80, n. 3, p. 208–213, ago. 2006.

MAGALHAES, J. et al. Kinetic study of the immobilization of galvanic sludge in clay-based matrix. **Journal of Hazardous Materials**, v. 121, n. 1–3, p. 69–78, 20 maio 2005.

MBULIGWE, S. E.; KASEVA, M. E. Assessment of industrial solid waste management and resource recovery practices in Tanzania. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 47, n. 3, p. 260–276, jun. 2006.

MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. On the production of fired clay bricks from waste materials: A critical update. **Construction and Building Materials**, v. 68, p. 599–610, out. 2014.

MUNIR, M. J. et al. Development of Eco-Friendly Fired Clay Bricks Incorporating Recycled Marble Powder. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 30, n. 5, p. 04018069/1-11, 2018.

NGOC, U. N.; SCHNITZER, H. Sustainable solutions for solid waste management in Southeast Asian countries. **Waste Management**, v. 29, n. 6, p. 1982–1995, jun. 2009.

PAPPU, A.; SAXENA, M.; ASOLEKAR, S. R. Solid wastes generation in India and their recycling potential in building materials. **Building and Environment**, v. 42, n. 6, p. 2311–2320, jun. 2007.

PEDROTI, L. G. et al. Properties and Microstructure of Clay Ceramics with Granite Waste for Press-Molded Structural Block. **Materials Science Forum**, v. 727–728, p. 809–814, ago. 2012.

PINATTI, D. G. et al. Incorporation of the ash from cellulignin into vitrified ceramic tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 26, n. 3, p. 305–310, jan. 2006.

PRACIDELLI, S.; MELCHIADES, F. G. Importância da composição granulométrica de massas para a cerâmica vermelha. **Cerâmica Industrial**, v. 02, p. 31–35, 1997.

- SAMARA, M.; LAFHAJ, Z.; CHAPISEAU, C. Valorization of stabilized river sediments in fired clay bricks: Factory scale experiment. **Journal of Hazardous Materials**, v. 163, n. 2–3, p. 701–710, abr. 2009.
- SHUKLA, S. K. et al. Utilization of concentrate of membrane filtration of bleach plant effluent in brick production. **Journal of Hazardous Materials**, v. 184, n. 1–3, p. 585–590, dez. 2010.
- SONG, Q.; LI, J.; ZENG, X. Minimizing the increasing solid waste through zero waste strategy. **Journal of Cleaner Production**, v. 104, p. 199–210, out. 2015.
- SORENSEN, M. A. et al. Effects of Thermal Treatment on Mineralogy and Heavy Metal Behavior in Iron Oxide Stabilized Air Pollution Control Residues. **Environmental Science & Technology**, v. 34, n. 21, p. 4620–4627, nov. 2000.
- SOUZA, A. E. et al. Addition of sedimentary rock to kaolinitic clays: influence on sintering process. **Cerâmica**, v. 59, n. 349, p. 147–155, mar. 2013.
- SUTCU, M. et al. Characteristics of fired clay bricks with waste marble powder addition as building materials. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 1–8, 2015.
- SUTCU, M.; AKKURT, S. The use of recycled paper processing residues in making porous brick with reduced thermal conductivity. **Ceramics International**, v. 35, n. 7, p. 2625–2631, set. 2009.
- UKWATTA, A.; MOHAJERANI, A. Leachate analysis of green and fired-clay bricks incorporated with biosolids. **Waste Management**, v. 66, p. 134–144, ago. 2017.
- UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). **Code of Federal Regulations**. Washington, 2012.
- VALE. **Produção da Vale no 4T16**. Rio de Janeiro: [s.n.], 2017.
- VAN DER SLOOT, H. A.; KOSSON, D. S. Use of characterisation leaching tests and associated modelling tools in assessing the hazardous nature of wastes. **Journal of Hazardous Materials**, v. 207–208, p. 36–43, mar. 2012.
- VIEIRA, C. M. F. et al. Incorporation of fine steel sludge waste into red ceramic. **Materials Science and Engineering: A**, v. 427, n. 1–2, p. 142–147, jul. 2006.
- VIEIRA, C. M. F. et al. Teste industrial de cerâmica vermelha incorporada com resíduo de vidro de lâmpada fluorescente. **Cerâmica**, v. 62, n. 364, p. 376–385, dez. 2016.
- VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Effect of grog addition on the properties and microstructure of a red ceramic body for brick production. **Construction and Building Materials**, v. 21, n. 8, p. 1754–1759, ago. 2007.
- WORLD BANK. **What a Waste: A Global Review of Solid Waste Management**. Washington: [s.n.], 2012.
- YANG, C. et al. Characteristics of the fired bricks with low-silicon iron tailings. **Construction and Building Materials**, v. 70, p. 36–42, nov. 2014.
- ZHANG, L. Production of bricks from waste materials – A review. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 643–655, out. 2013.

CONCLUSÕES GERAIS

1. CONSIDERAÇÕES FINAIS

No presente trabalho foi investigado o potencial de utilização do rejeito de minério de ferro, coletado após a ruptura ocorrida na barragem de Fundão (Mariana, MG), como matéria prima para a produção de blocos cerâmicos de vedação à base de argila.

A incorporação do rejeito de minério de ferro influenciou em todas as propriedades dos corpos cerâmicos, avaliadas após a queima. A adição do material contribuiu para a redução da retração linear na queima e da resistência à compressão axial, e aumento da densidade aparente, absorção d'água e porosidade aparente. Isto se deve às características físicas – granulometria e massa específica dos grãos – químicas e mineralógicas do rejeito, que possui partículas de maiores dimensões e altas concentrações de sílica (quartzo) e óxido de ferro (Fe_2O_3).

O uso do planejamento experimental de misturas associado à função desejabilidade permitiu a obtenção de massas cerâmicas ideais para cada temperatura de queima avaliada, sendo: 29,1% de RMF, 40,9% de AC e 30,0% de AA, para as temperaturas de 850°C e 950°C; 23,3% de RMF, 46,7% de AC e 30,0% de AA, para a temperatura de 1050°C (RMF – rejeito; AC – argila cinza; AA – argila amarela). As três composições atendem aos requisitos estabelecidos pelas normatizações brasileira e americana referentes a blocos cerâmicos furados para vedação. Para o desenvolvimento do produto final, optou-se pela mistura correspondente à queima a 950°C, devido à microestrutura apresentada após a queima e redução da absorção d'água.

Após a definição da massa cerâmica e temperatura adequadas, foram produzidos corpos de prova por prensagem (formato cilíndrico) e extrusão (formato prismático com furos), no intuito de confrontar os valores estimados e obtidos experimentalmente para as propriedades avaliadas. Além disso, verificou-se o comportamento ambiental dos blocos, por meio dos ensaios de lixiviação e solubilização.

A comparação entre os valores obtidos experimentalmente e numericamente para as propriedades avaliadas, considerando os corpos de prova prensados e extrudados, atestou o uso do planejamento experimental de misturas como uma boa ferramenta para predição e otimização das características de peças cerâmicas. Considerando os exemplares prensados, o maior erro percentual foi inferior a 8%, relativo à propriedade de retração linear na queima. Para os extrudados, as diferenças

percentuais se mantiveram baixas, exceto para as propriedades de retração linear na queima (24,34%) e resistência à compressão (-75,72%). Estes valores elevados podem estar associados à diferença de formato das peças.

Do ponto de vista ambiental, o bloco produzido com a incorporação do rejeito de minério de ferro foi classificado como não inerte e não perigoso, tanto durante a vida útil da edificação como no final, quando retorna ao meio como resíduo da construção. Houve, ainda, maior imobilização dos elementos na amostra de bloco com rejeito em relação ao bloco comercial. Esse efeito pode ter ocorrido em virtude da maior concentração de óxido de ferro (III).

Este estudo demonstrou a viabilidade técnica e ambiental da incorporação de rejeito de minério de ferro em massas cerâmicas para a produção de blocos de vedação. O rejeito pode ser considerado uma potencial matéria prima, uma vez que sua aplicação permite a obtenção de um produto sustentável e que atende aos requisitos técnicos exigidos pelas normas brasileira e internacional. Por meio da alternativa proposta, pode-se agregar valor a um material até então descartado, fazendo-o retornar à cadeia produtiva sem causar danos humanos ou ambientais.

2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros têm-se:

- Avaliação da durabilidade do bloco cerâmico proposto, por meio de ensaios como *slake durability test*, ciclos de molhagem e secagem, ataque salino, entre outros;
- Verificação do desempenho de paredes de vedação, executadas com os blocos feitos a partir do rejeito de minério de ferro, de acordo com a ABNT NBR 15575: 2013;
- Incorporação de outros resíduos industriais provenientes de atividades mineradoras, como o rejeito obtido na exploração da bauxita;
- Comparação entre os efeitos provocados pelo rejeito de minério de ferro e por outros resíduos minerais em massas cerâmicas;
- Estudo e aplicação da teoria da similitude para a predição da resistência mecânica de blocos, em tamanho convencional, por meio de modelos reduzidos.