

Universidade Federal do Ceará



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS**

**JOÃO PEDRO ALVES TABOSA**

**INCORPORAÇÃO DE REJEITOS SIDERÚRGICOS E DO PÓ DE GRANITO COMO  
MATÉRIA-PRIMA NA PRODUÇÃO DE CERÂMICA EM OLARIAS**

**FORTALEZA**

**2025**

JOÃO PEDRO ALVES TABOSA

INCORPORAÇÃO DE REJEITOS SIDERÚRGICOS E DO PÓ DE GRANITO COMO  
MATÉRIA-PRIMA NA PRODUÇÃO DE CERÂMICA EM OLARIAS

Dissertação apresentada ao Curso de do do  
Centro de Tecnologia da Universidade Federal  
do Ceará, como requisito parcial à obtenção do  
título de mestre em . Área de Concentração:

Orientador: Prof. Dr. José Marcos Sa-  
saki

FORTALEZA

2025

À minha família, por sua confiança, seu carinho e seu apoio durante toda a minha jornada. Mãe, você me criou e me moldou para chegar aonde cheguei e sempre buscar e fazer o meu melhor. Tio Chico, você é a minha inspiração para a melhor versão de mim, e tudo o que alcancei e alcançarei é por seu incentivo.



## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José Marcos Sasaki, coordenador do Laboratório de Raios-X (LRX) onde esse trabalho foi desenvolvido, por me acompanhar nesses últimos anos como orientador durante o período de Iniciação Científica e durante o desenvolvimento desse Trabalho de Conclusão de Curso.

A toda a equipe do Laboratório de Raios-x (LRX), que me apoiou e auxiliou tirando dúvidas e me acompanhando durante alguns processos para a confecção desse trabalho.

Ao Prof. Dr. Ricardo Emílio F. Quevedo Nogueira, coordenador do Laboratório de Materiais Cerâmicos, pelo material e equipamento disponibilizados para auxiliar na produção deste trabalho.

A Profa. Dra. Janaína Gonçalves Maria da Silva Machado, coordenadora do Laboratório de Siderurgia, seu marido André Machado e o bolsista Elano pela disponibilização e acompanhamento do uso do forno sinterização das amostras.

Agradeço também ao Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC) pertencente ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro que permitiu a realização desta pesquisa.

A empresa Cerbras, e em especial o Alison de Oliveira Maia, que disponibilizou o equipamento para a realização dos testes de flexão descritos neste trabalho.

A minha família, em especial a minha mãe Lourdes Maria Tabosa, ao meu Tio e Padrinho Francisco José Tabosa que me criaram, inspiraram, incentivaram e auxiliaram toda a minha jornada até o momento da graduação.

Agradeço também a minha namorada Maianny Vanessa de Oliveira por todo apoio, ajuda e incentivo que sempre me proporcionou nessa jornada. Cheguei aonde cheguei e superei tantos desafios por sua causa.

Também agradeço a meu irmão Diego Alves Tabosa por todo suporte e ajuda que me forneceu durante o período de graduação.

Agradeço a todos os professores por me proporcionar o conhecimento não apenas racional, mas a manifestação do caráter e afetividade da educação no processo de formação profissional, por tanto que se dedicaram a mim, não somente por terem me ensinado, mas por terem-me feito aprender.

“A mente que se abre a uma nova ideia jamais  
voltará ao seu tamanho original.”

(Albert Einstein)

## RESUMO

Este trabalho investiga a incorporação de resíduos industriais — lama siderúrgica e pó de granito — como matérias-primas alternativas na produção de cerâmicas estruturais, avaliando sua influência nas propriedades físicas, térmicas e mecânicas das amostras. Foram preparadas composições variando teores de argila (85% e 75%), granito (15% e 25%) e água (10% e 15%), sinterizadas a 1100 °C e 1200 °C. As análises incluíram medições dimensionais, avaliação de umidade, ensaios de flexão e difração de raios X (Difração de Raios-X (DRX)). Os resultados mostraram que teores moderados de granito (*approx* 15%) associados à sinterização a 1200 °C favorecem a densificação e aumentam a resistência mecânica, como evidenciado nas amostras B3 e B4. Em contraste, composições com maior teor de granito apresentaram desempenho inferior, indicando a existência de um limite ótimo para sua incorporação. Amostras dos grupos B e E sofreram falhas durante a sinterização, atribuídas à retenção de umidade e à expansão de vapor, intensificadas pela redução parcial de óxidos de ferro. A DRX confirmou a formação de fases densificantes, como anortita e espinélio, associadas à melhoria da resistência. Além disso, observou-se a ausência de padronização setorial na preparação de corpos de prova para ensaios mecânicos, destacando a necessidade de normalização para garantir a comparabilidade de resultados. Conclui-se que a incorporação de resíduos é tecnicamente viável e ambientalmente relevante, desde que parâmetros de composição e processamento sejam rigorosamente controlados.

**Palavras-chave:** Cerâmica vermelha. Resíduos industriais. Argila. Lama siderúrgica. pó de granito. Sinterização. Economia circular.

## ABSTRACT

*This study investigates the incorporation of industrial residues—steel mill sludge and granite powder—as alternative raw materials in the production of structural ceramics, evaluating their effects on the physical, thermal, and mechanical properties of the samples. Compositions with varying clay contents (85% and 75%), granite contents (15% and 25%) and water levels (10% and 15%) were prepared and sintered at 1100 °C and 1200 °C. The analyses included dimensional measurements, moisture behavior, flexural strength testing, and X-ray diffraction (XRD). Results demonstrated that moderate granite content ( $\approx 15\%$ ) combined with sintering at 1200 °C promotes densification and improves mechanical strength, particularly in samples B3 and B4. Conversely, higher granite proportions resulted in reduced performance, indicating an optimal incorporation threshold. Samples from groups B and E exhibited catastrophic failure during sintering due to trapped moisture and vapor expansion, intensified by partial reduction of iron oxides. XRD confirmed the formation of densifying crystalline phases such as anorthite and spinel, which contribute to enhanced strength. Additionally, the study identified the lack of standardized procedures for specimen fabrication in the ceramic industry, highlighting the need for national guidelines to improve the comparability of mechanical test results. The findings confirm that residue incorporation is technically feasible and environmentally beneficial, provided that composition and processing parameters are strictly controlled.*

**Keywords:** Red ceramics. Clay. Industrial waste. Blast Oxygen Furnance sludge. Granite powder. Sintering. Circular economy.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Matríz prismática de seção retangular disponibilizada pelo laboratório de raios X: (a) montada e (b) desmontada. . . . .	23
Figura 2 – Argila Vermelha de Olaria após preparação. . . . .	25
Figura 3 – Lama Siderúrgica de alto Forno Blast Furnace Sludge (BFS) após preparação.	26
Figura 4 – Granito Rosa Iracema . . . . .	27
Figura 5 – Destilador de água do Laboratório de Raios-X. . . . .	28
Figura 6 – Amostras após o processo de secagem. . . . .	30
Figura 7 – edições da amostra A1 (a) após secagem e (b) após sinterização. . . . .	30
Figura 8 – Flexímetro CT-12624 - Servitech . . . . .	31
Figura 9 – Difração de Raios-X para as amostras A1, A3, B1 e B3 . . . . .	45
Figura 10 – Difração de Raios-X para as amostras D1, D3, E1 e E3 . . . . .	46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição das Amostras e Temperatura de sinterização . . . . .	24
Tabela 2 – Medidas das amostras após secagem. . . . .	35
Tabela 3 – Medidas das amostras após sinterização. . . . .	35
Tabela 4 – Redução nas dimensões das após a sinterização. . . . .	36
Tabela 5 – Resultados dos ensaios de flexão . . . . .	38
Tabela 6 – Fases encontradas pela difração de raios-x das matérias primas. . . . .	43
Tabela 7 – Fases encontradas pela difração de raios-x das matérias primas. . . . .	44

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
BFS	Blast Furnace Sludge
C	Comprimento
DRX	Difração de Raios-X
L	Largura
min	Minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
MRF	Módulo de Ruptura à Flexão
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
V	Volume

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$ -quartzo	Fase de baixa temperatura do quartzo
$\beta$ -quartzo	Fase de alta temperatura do quartzo
$\bar{H}$	Altura média
$\bar{x}$	Média aritmética dos valores de resistência
$C$	Largura do corpo de prova (mm)
$CaAl_2Si_2O_8$	Feldspato cálcico (Anortita)
$CaFe(Si_2O_6)$	Piroxênio rico em ferro (Hedenbergita)
$cm^3$	Centímetros cúbicos
$CV$	Coefficiente de variação dos resultados
$Fe_2O_3$	Hematita (óxido de ferro)
$Fe_3O_4$	Magnetita (óxido de ferro)
$h$	Altura/Espessura do corpo de prova (mm)
$kg/cm^2$	Kilogramas por centímetro quadrado
$L$	Comprimento do corpo de prova (mm)
$s$	Desvio-padrão amostral
$t$	Tempo de processamento (em min ou h)
$T$	Temperatura (°C)
$\theta$	Ângulo de difração (graus)
$x_i$	Valor individual da resistência à flexão da amostra $i$

## SUMÁRIO

1	<b>INTRODUÇÃO</b>	14
2	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	19
3	<b>METODOLOGIA</b>	23
3.1	<b>Preparação das Amostras</b>	24
3.1.1	<i>Apresentação das matérias primas</i>	24
3.1.2	<i>Tratamento da Matéria Prima</i>	29
3.1.3	<i>Montagem das Amostras</i>	29
3.1.4	<i>Secagem e Sinterização</i>	29
3.2	<b>Ensaio e Análises</b>	30
3.2.1	<i>Medidas das amostras</i>	30
3.2.2	<i>Difração de Raios-x</i>	32
4	<b>RESULTADOS</b>	34
4.1	<b>Dimensões das Amostras</b>	34
4.2	<b>Umidade</b>	36
4.3	<b>Sinterização</b>	36
4.4	<b>Flexão</b>	38
4.4.1	<i>Inferências estatísticas com base nos ensaios de flexão.</i>	40
4.5	<b>Difração de Raios-x</b>	42
5	<b>CONCLUSÕES E DISCUSSÃO</b>	50
5.1	<b>Discussão</b>	50
5.2	<b>Conclusão</b>	51
5.3	<b>Trabalhos Futuros</b>	53
	<b>REFERÊNCIAS</b>	56

## 1 INTRODUÇÃO

A crescente preocupação ambiental e a busca por processos produtivos mais sustentáveis têm impulsionado, nos últimos anos, a investigação de alternativas tecnológicas capazes de reduzir o impacto ambiental associado às atividades industriais. No cenário brasileiro, setores como a siderurgia, o beneficiamento de rochas ornamentais e a indústria cerâmica figuram entre os maiores geradores de resíduos sólidos, cuja disposição adequada representa tanto um desafio ambiental quanto um custo operacional significativo. Nesse contexto, a valorização de resíduos industriais por meio de sua reinserção em cadeias produtivas alinhadas aos princípios da economia circular surge como estratégia promissora, permitindo reduzir descartes, minimizar passivos ambientais e agregar valor a subprodutos historicamente negligenciados.

A siderurgia brasileira produz anualmente grandes volumes de resíduos, entre os quais se destaca a lama de alto-forno, material fino rico em óxidos e silícios gerado durante o processo de limpeza dos gases. De acordo com o Instituto Aço Brasil (BRASIL, 2018), a produção de uma tonelada de aço gerou, em 2017, aproximadamente 607 kg de resíduos e coprodutos, dos quais cerca de 86% foram reaproveitados. Embora esse índice seja expressivo, a parcela remanescente ainda requer métodos eficientes de destinação, reforçando a necessidade de estudos que possibilitem seu reaproveitamento em novos produtos. A classificação desses resíduos, conforme estabelece a NBR 10004 (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2004), e as diretrizes da Política Nacional de Resíduos Sólidos (BRASIL, 2010), evidenciam seu potencial como insumo econômico, incentivando tecnologias de reciclagem e reutilização.

Outro resíduo de relevância ambiental e tecnológica é o pó de granito, subproduto do beneficiamento de rochas ornamentais, cuja geração é expressiva em estados como Ceará, Espírito Santo e Minas Gerais. Composto predominantemente por quartzo e feldspatos, esse material apresenta características físico-químicas favoráveis ao uso em matrizes cerâmicas. Trabalhos clássicos, como os de Dondi et al. (DONDI *et al.*, 1997b; DONDI *et al.*, 1997a), já demonstravam, desde a década de 1990, a viabilidade da incorporação de resíduos industriais na cerâmica vermelha como alternativa técnica e ambientalmente eficiente. Além disso, trabalhos que empregaram glicerol proveniente da produção de biodiesel em métodos de precursor polimérico mostram que subprodutos da indústria de biodiesel podem ser reaproveitados como solventes/combustíveis verdes na síntese de materiais cerâmicos e spinéis magnéticos (LIMA, 2019).

Como o trabalho trata sobre o aspecto ambiental, temos que falar sobre os Objetivos

de Desenvolvimento Sustentável (ODS) estabelecidos pela Organização das Nações Unidas. A reutilização de resíduos sólidos industriais em matrizes cerâmicas atende de forma particular aos ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis) e ODS 13 (Ação contra a Mudança Global do Clima), ao promover a redução de impactos ambientais, minimizar a geração de rejeitos e incentivar práticas produtivas mais limpas. A incorporação de resíduos como lama siderúrgica e pó de granito reduz a necessidade de extração de matérias-primas naturais, contribui para a mitigação de emissões associadas às cadeias produtivas e fortalece modelos de economia circular, em consonância com políticas nacionais como a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) e com iniciativas internacionais de transição para sistemas industriais mais sustentáveis. Dessa forma, a pesquisa insere-se em um contexto mais amplo de responsabilidade socioambiental, reforçando a importância da inovação científica para o desenvolvimento sustentável no setor cerâmico brasileiro.

Estudos recentes desenvolvidos no âmbito deste projeto reforçaram esses achados ao demonstrar melhorias estruturais e maior estabilidade térmica quando lama siderúrgica e pó de granito foram incorporados à matriz cerâmica em proporções controladas (SILVA *et al.*, 2007a). No entanto, permanecem lacunas importantes quanto à influência simultânea de variáveis como teor de granito, teor de argila, umidade da massa e temperatura de sinterização sobre a formação de fases, comportamento de retração, densificação e resistência mecânica. A investigação dessas variáveis é fundamental para compreender os mecanismos microestruturais envolvidos e, conseqüentemente, para otimizar formulações voltadas à produção de cerâmicas mais densas, resistentes e adequadas a aplicações estruturais.

Pesquisas desenvolvidas por Lima (2014; 2019) fornecem bases importantes para a utilização de subprodutos na síntese de compostos a serem reutilizados evidenciando a economia circular. Essas pesquisas reforçam a importância da caracterização química e estrutural de resíduos industriais e fundamentam a abordagem adotada neste trabalho, que busca compreender o comportamento de misturas contendo lama siderúrgica e pó de granito na formação de fases cerâmicas e na obtenção de propriedades adequadas para aplicações tecnológicas sustentáveis.

Pesquisas recentes desenvolvidas na UFC têm demonstrado o crescente potencial de valorização de resíduos siderúrgicos (SASAKI *et al.*, 2024; LIMA, 2014; LIMA, 2019) como insumo para a produção de materiais cerâmicos sustentáveis. Em estudos anteriores, observou-se que a lama siderúrgica que é um rejeito oriundo da limpeza de gás do setor siderúrgico apresentam composição química rica em óxidos de ferro e sílica, o que os torna compatíveis

com matrizes cerâmicas tradicionais (MACIEL, 2022). Trabalhos subsequentes reforçaram essa perspectiva ao evidenciar que lamas siderúrgicas e argilas de olaria podem originar materiais com características análogas às de argilas expandidas, desde que os teores de ferro e zinco sejam controlados para evitar defeitos estruturais como o “coração negro” e perdas de resistência mecânica (NASCIMENTO, 2023). Assim, a incorporação de resíduos industriais em cerâmicas estruturais se insere no contexto da economia circular e da redução de passivos ambientais, justificando a continuidade das investigações sobre sua aplicabilidade tecnológica.

Diante desse panorama, o presente trabalho propõe a continuidade e aprofundamento das pesquisas anteriores (MACIEL, 2022; NASCIMENTO, 2023), avaliando sistematicamente os efeitos da incorporação de lama siderúrgica de alto-forno e pó de granito Iracema em cerâmicas vermelhas produzidas com argila de olaria (??). Para isso, foram investigadas diferentes formulações e duas temperaturas de sinterização (1100 °C e 1200 °C), buscando compreender de que forma essas variáveis influenciam o comportamento térmico e a eliminação de água, a retração e estabilidade dimensional; a formação de fases cristalinas e vítreas; a densificação e integridade microestrutural; o desempenho mecânico dos corpos cerâmicos.

Os resultados apresentados oferecem subsídios fundamentais para o aprimoramento do processamento cerâmico, fortalecem iniciativas de economia circular e ampliam a compreensão dos mecanismos que governam o comportamento de cerâmicas modificadas por resíduos industriais. Assim, este estudo contribui simultaneamente para o avanço científico, para a inovação tecnológica e para a sustentabilidade ambiental no setor cerâmico. esse total foi reaproveitado, seja por meio de reciclagem interna, seja pela comercialização para outras cadeias produtivas (BRASIL, 2018). Esses dados evidenciam que a valorização de resíduos industriais como matéria-prima alternativa constitui uma prática promissora tanto do ponto de vista ambiental quanto econômico. Ainda assim, a fração não reaproveitada representa um desafio significativo para as empresas, que permanecem responsáveis pelo armazenamento seguro e destinação final adequada desses materiais.

Conforme estabelecido pela NBR 10004 (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2004), os resíduos industriais podem ser classificados como perigosos (Classe I) ou não perigosos — inertes ou não inertes (Classe II), e os custos associados à sua gestão variam conforme o tipo e a forma de destinação. A Política Nacional de Resíduos Sólidos (BRASIL, 2010) reforça que tais materiais devem ser compreendidos como bens econômicos de valor social, potencialmente geradores de trabalho, renda e oportunidades de inovação tecnológica. Nesse contexto, a

cooperação entre universidades, setor produtivo e órgãos governamentais torna-se essencial para o desenvolvimento de novas metodologias que permitam a reinserção desses resíduos em cadeias produtivas.

Entre os resíduos de maior interesse tecnológico destaca-se a lama de alto-forno, material fino rico em óxidos de ferro, silício e alumínio, proveniente do sistema de limpeza de gases durante a produção do ferro-gusa. Estudos específicos sobre poeiras e lamas geradas na siderurgia mostram que esses resíduos também podem apresentar fases associadas a óxidos mistos de ferro e zinco, incluindo a formação de ferritas como a  $ZnFeO$ , dependendo das condições de oxidação e da temperatura do processo (LIMA, 2014). Devido à sua composição química e granulometria, esse resíduo apresenta potencial para aplicação em matrizes cerâmicas, especialmente na cerâmica vermelha, setor que historicamente absorve materiais de natureza diversa como forma de melhorar propriedades, reduzir custos e ampliar a sustentabilidade de seus processos. Trabalhos clássicos já indicam a viabilidade da incorporação de resíduos industriais na cerâmica vermelha como alternativa eficiente para a disposição final (DONDI *et al.*, 1997b; DONDI *et al.*, 1997a).

A crescente demanda por soluções sustentáveis em materiais cerâmicos tem impulsionado pesquisas que buscam aliar desempenho técnico, viabilidade econômica e responsabilidade ambiental. Nesse contexto, resíduos como a lama siderúrgica e o pó de granito, este último oriundo do beneficiamento de rochas ornamentais, passaram a ser estudados como componentes funcionais capazes de modificar o comportamento térmico, microestrutural e mecânico das cerâmicas. Estudos prévios realizados no âmbito deste projeto confirmaram o potencial desses resíduos, indicando melhorias estruturais quando adicionados em proporções controladas (SILVA *et al.*, 2007a). O avanço acompanha o fortalecimento da produção científica brasileira em química e engenharia de materiais (??).

Entretanto, permanece pouco explorada a influência conjunta de variáveis como teor de granito e argila, umidade da massa e temperatura de sinterização sobre a formação de fases e o desempenho mecânico dos corpos cerâmicos. A investigação dessas variáveis é essencial para a compreensão dos mecanismos microestruturais envolvidos e para o desenvolvimento de formulações otimizadas, mais densas, resistentes e adequadas a aplicações estruturais.

Diante desse cenário, o presente trabalho propõe a continuidade e aprofundamento dos estudos anteriores, avaliando sistematicamente os efeitos da incorporação de lama siderúrgica e pó de granito em cerâmicas vermelhas produzidas com massa argilosa de olaria,

considerando diferentes formulações e temperaturas de sinterização. Os resultados obtidos permitirão compreender melhor os fatores que influenciam o desempenho térmico, microestrutural e mecânico dessas cerâmicas, oferecendo subsídios para a melhoria de processos industriais, para o fortalecimento da economia circular e para uma gestão mais sustentável dos resíduos siderúrgicos.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A crescente pressão por soluções tecnológicas ambientalmente sustentáveis tem direcionado a engenharia metalúrgica à busca por estratégias inovadoras de reaproveitamento de resíduos sólidos industriais. A incorporação desses resíduos em materiais cerâmicos configura uma prática de destaque, não apenas pelo seu potencial de mitigação ambiental, mas principalmente pelas oportunidades de melhoria de desempenho técnico dos produtos, como resistência mecânica e estabilidade térmica. Neste cenário, a valorização de subprodutos como a lama siderúrgica e o pó de granito ganha força, (BRASIL, 2010).

Estudos prévios demonstraram que a substituição parcial da argila por resíduos industriais, em especial a lama siderúrgica e o pó de granito, pode melhorar significativamente as propriedades das cerâmicas vermelhas, sobretudo quando processadas em temperaturas adequadas de sinterização. No entanto, o comportamento mecânico e microestrutural dessas cerâmicas é fortemente dependente da composição da mistura e das condições térmicas do processo, o que justifica a continuidade e o aprofundamento das investigações com novas formulações e faixas de temperatura mais elevadas.

A lama siderúrgica, composta predominantemente por óxidos de ferro ( $Fe_2O_3$ ), silício ( $SiO_2$ ) e alumínio ( $Al_2O_3$ ), possui composição compatível com a matriz de produtos cerâmicos, permitindo sua utilização como carga funcional. Já o pó de granito, derivado de resíduos do beneficiamento de rochas ornamentais, atua como um reforço estrutural graças à presença de silicatos alcalinos e alcalino-terrosos, que promovem o desenvolvimento de fases vítreas e cristalinas durante a sinterização. A variação da quantidade de granito pode interferir diretamente na coesão da matriz cerâmica, reduzindo a porosidade e aumentando a resistência à flexão (CABRAL *et al.*, 2010; MOREIRA *et al.*, 2005).

Além da composição, a temperatura de sinterização é um fator crítico para a consolidação microestrutural. Temperaturas mais elevadas tendem a intensificar os mecanismos de fusão parcial, promovendo a formação de fases secundárias mais estáveis, como os silicatos de cálcio, alumínio e potássio, que contribuem significativamente para o aumento da resistência mecânica (DONDI *et al.*, 1997a; ROSSIGNOLO, 2009). Este processo térmico favorece a densificação da matriz cerâmica, reduzindo a formação de defeitos internos como trincas e vazios.

A utilização de técnicas de caracterização como ensaios de flexão e DRX possibilita uma compreensão aprofundada da evolução estrutural e composicional do material em função das novas condições processuais. Espera-se, com a variação controlada das proporções de

argila, lama siderúrgica e pó de granito, associada a sinterizações em temperaturas superiores a 1100 °C, obter materiais com desempenho mecânico significativamente superior, ampliando sua aplicação em elementos construtivos de maior exigência estrutural, como blocos estruturais e pisos cerâmicos.

A incorporação de pó de granito e lama siderúrgica em cerâmicas estruturais apresenta uma motivação multifatorial que envolve benefícios físicos, químicos, mecânicos e econômicos, além de atender a diretrizes ambientais e de sustentabilidade. Do ponto de vista físico, ambos os resíduos contribuem para a modificação da textura e distribuição granulométrica da massa cerâmica. O pó de granito, rico em sílica e feldspatos, funciona reduzindo a plasticidade excessiva das argilas e favorecendo o empacotamento das partículas. Além de que, após a sinterização, o granito funciona muito bem como um redutor de poros melhorando as propriedades da Já a lama siderúrgica, composta predominantemente por óxidos de ferro, partículas finas e frações minerais heterogêneas, influencia a coloração, a densidade e a absorção de água das peças, podendo contribuir para uma redução da retração durante a secagem e sinterização, dependendo da sua proporção e natureza mineralógica.

A adequação de resíduos industriais para uso em cerâmicas depende de sua interação com os constituintes da matriz, influenciando parâmetros como plasticidade, densificação, formação de fases e porosidade. O primeiro relatório demonstra que a lama siderúrgica apresenta um comportamento fracamente plástico e teores elevados de óxido férrico e zinco, exigindo ajustes composicionais e adição de bentonita para garantir estruturação adequada e controle de expansão durante a sinterização (MACIEL, 2022). Já o segundo relatório ressalta que, na cerâmica vermelha, o teor de ferro exerce influência direta tanto na coloração quanto em fenômenos críticos de queima, como a formação de regiões reduzidas responsáveis por heterogeneidades internas, além de destacar que a presença de quartzo e silicatos das argilas e resíduos favorece a formação de fases estáveis e melhora a resistência mecânica quando submetidas a temperaturas superiores (NASCIMENTO, 2023). Esses princípios fundamentam o uso de lama siderúrgica como carga funcional e justificam os estudos sobre sua proporção ideal nas formulações cerâmicas.

Sob o aspecto químico, a presença de  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$  no granito facilita a formação de fases cristalinas típicas da cerâmica vermelha, como feldspatos e piroxênios, enquanto óxidos de ferro presentes na lama siderúrgica atuam como agentes fundentes moderados, promovendo a formação de fases vítreas em baixas quantidades. Essa combinação altera o comportamento termoquímico durante a sinterização: o granito pode contribuir para uma fusão incipiente que

auxilia na coesão dos grãos, enquanto a lama, dependendo da sua composição, pode favorecer reações de redução e mudanças cromáticas, além de influenciar a formação de hematita ou magnetita. Tais efeitos, quando controlados, podem ser explorados para ajustar o ponto de vitrificação e o desenvolvimento da microestrutura final.

Sob a perspectiva mecânica, a adição destas matérias-primas secundárias pode melhorar ou otimizar a resistência mecânica das cerâmicas, desde que utilizadas em teores adequados. O granito, com sua fração de quartzo e feldspatos, tende a formar estruturas rígidas e bem interligadas após a sinterização, contribuindo para o aumento do módulo de ruptura. Já a lama siderúrgica, devido ao teor de ferro, pode aumentar a densificação e reduzir a porosidade em determinados teores, mas teores excessivos podem gerar defeitos, tensões internas ou microestruturas heterogêneas que reduzem o desempenho mecânico. Dessa forma, o estudo desses materiais visa justamente identificar faixas ótimas de incorporação em que os benefícios superem os efeitos adversos.

A adição de pó de granito tende a favorecer o controle da porosidade após a queima, pois seus principais constituintes, quartzo e feldspatos, apresentam baixa reatividade e atuam como fases parcialmente inertes durante a sinterização. O quartzo limita a retração e ajuda a manter a estabilidade dimensional, enquanto a fusão parcial dos feldspatos gera uma fase vítrea que preenche poros sem causar colapso da estrutura. Esse balanço entre partículas inertes e formação moderada de fase líquida resulta em uma microestrutura mais homogênea, com porosidade distribuída de forma uniforme e menor incidência de defeitos, contribuindo para o desempenho mecânico final das peças.

Há também uma motivação financeira e ambiental significativa. Ambos os resíduos apresentam baixo ou nenhum custo de aquisição para a indústria cerâmica, reduzindo gastos com matérias-primas tradicionais. Além disso, o reaproveitamento de resíduos industriais alinha-se diretamente aos princípios da Economia Circular e às metas da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), diminuindo a necessidade de disposição em aterros, reduzindo impactos ambientais e melhorando a imagem socioambiental das empresas envolvidas. A possibilidade de substituição parcial de argila, recurso natural finito, por resíduos abundantes e frequentemente subaproveitados também traz ganhos econômicos de longo prazo e fortalece a competitividade do setor cerâmico. Assim, a incorporação de pó de granito e lama siderúrgica se justifica não apenas como uma alternativa técnica viável, mas como uma estratégia sustentável e economicamente vantajosa para o desenvolvimento de novos produtos cerâmicos.

Assim, este estudo se propõe não apenas a contribuir para a redução do passivo ambiental de resíduos industriais, mas também a aperfeiçoar o desempenho mecânico de cerâmicas técnicas, oferecendo um novo caminho para o desenvolvimento de materiais mais resistentes, duráveis e sustentáveis. A proposta reforça o papel da engenharia metalúrgica na transformação de resíduos em soluções de alto valor agregado, fortalecendo a integração entre tecnologia, economia circular e inovação no setor da construção civil.

### 3 METODOLOGIA

Para assegurar a consistência e confiabilidade dos resultados obtidos, foi adotado um procedimento metodológico rigoroso que contempla todas as etapas do preparo das amostras cerâmicas. Desde a seleção e homogeneização das matérias-primas até o controle do ciclo de sinterização, cada etapa foi cuidadosamente definida com o objetivo de garantir a padronização das amostras e a precisão das análises. A metodologia aplicada permite avaliar de forma sistemática os efeitos das variações nas proporções de argila e pó de granito, bem como da elevação da temperatura de sinterização, sobre as propriedades mecânicas e estruturais dos materiais produzidos.

Para possibilitar a comparação direta com o estudo anterior, adotou-se o mesmo padrão geométrico na produção dos corpos de prova destinados ao ensaio de flexão. Esse padrão corresponde a uma matriz prismática de seção retangular, com dimensões aproximadas de 116,50 Milímetro (mm)  $\times$  24,20 mm  $\times$  30,30 mm.

As Figuras 1 (a) e (b) mostram a matriz que foi utilizada nesse projeto.

Figura 1 – Matriz prismática de seção retangular disponibilizada pelo laboratório de raios X: (a) montada e (b) desmontada.



(a)



(b)

Fonte: O autor.

A sinterização das amostras será realizada utilizando um forno mufla disponibilizado pelo laboratório de raios-x, limitado até a temperatura de 1200 °C, e um forno mufla disponibilizado pelo laboratório de siderurgia, que suporta até 1700 °C. Nestes, serão confeccionadas 16 amostras variando sua composição de argila, granito, água e sua temperatura de sinterização (T. C.) de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 – Composição das Amostras e Temperatura de sinterização

Amostra	Argila	Lama	Granito	Água	T. C.
A1	80	5	15	15	1100
A2	80	5	15	15	1100
A3	80	5	15	10	1100
A4	80	5	15	10	1100
B1	80	5	15	15	1200
B2	80	5	15	15	1200
B3	80	5	15	10	1200
B4	80	5	15	10	1200
D1	70	5	25	15	1100
D2	70	5	25	15	1100
D3	70	5	25	10	1100
D4	70	5	25	10	1100
E1	70	5	25	15	1200
E2	70	5	25	15	1200
E3	70	5	25	10	1200
E4	70	5	25	10	1200

Fonte: O autor.

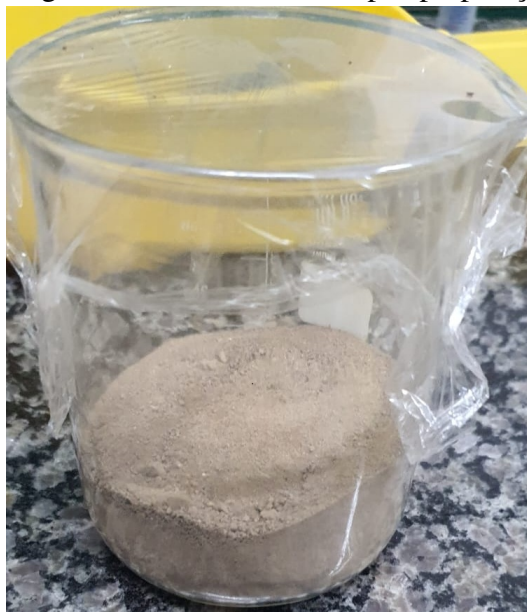
### 3.1 Preparação das Amostras

#### 3.1.1 Apresentação das matérias primas

A seleção e caracterização adequada das matérias-primas são etapas fundamentais para o desenvolvimento de cerâmicas estruturais contendo resíduos industriais. Os materiais utilizados neste estudo foram escolhidos de modo a refletir tanto a realidade produtiva das olarias da região quanto o potencial de valorização de subprodutos industriais abundantes no estado do Ceará. Assim, a matriz cerâmica adotada baseou-se na argila de olaria tradicional, amplamente empregada na fabricação de tijolos e blocos, enquanto os resíduos incorporados, o granito rosa Iracema e a lama siderúrgica de alto-forno (Blast Furnace Sludge – BFS), foram selecionados por sua disponibilidade regional, composição favorável e relevância ambiental.

- A Argila Vermelha de Olaria utilizada neste estudo, disponibilizada pela Cerâmica Assunção (Grupo Tavares), Itaitinga–CE, corresponde ao material empregado rotineiramente na fabricação de cerâmica vermelha tradicional. Trata-se de uma argila sedimentar composta principalmente por minerais do grupo das caulinitas, além de frações variáveis de quartzo, mica, óxidos de ferro e matéria orgânica. Essa composição confere à argila características essenciais para processos de conformação, como boa plasticidade, capacidade de retenção de água e elevada coesão na massa verde, facilitando o moldeamento e garantindo integridade dimensional do corpo cerâmico. Durante a sinterização, a presença de ferro e de argilominerais proporciona retração controlada e formação de fases vítreas que contribuem para o desenvolvimento da resistência mecânica. Por ser um insumo abundante, de baixo custo e amplamente utilizado em olarias, a argila constitui uma matriz adequada para estudos de incorporação de resíduos industriais, servindo como base ideal para avaliar alterações microestruturais e mecânicas decorrentes de aditivos como lama siderúrgica e pó de granito.

Figura 2 – Argila Vermelha de Olaria após preparação.



Fonte: O autor.

- A lama siderúrgica de alto-forno (Blast Furnace Sludge – BFS), um resíduo fino gerado nos sistemas de limpeza dos gases provenientes do alto-forno durante a produção do ferro-gusa. Após a etapa de queima do coque, minério de ferro e fundentes, os gases que ascendem pelo alto-forno carregam partículas sólidas ricas em óxidos de ferro, carbono não queimado, sílica, alumina e pequenas quantidades de metais residuais. Esses gases passam por processos de precipitação, lavagem úmida e decantação, nos quais o material particulado é separado na forma de uma suspensão aquosa. O sedimento resultante desse processo forma a lama de alto-forno, caracterizada por granulometria muito fina, elevada fração de óxidos metálicos e presença de carbono residual.

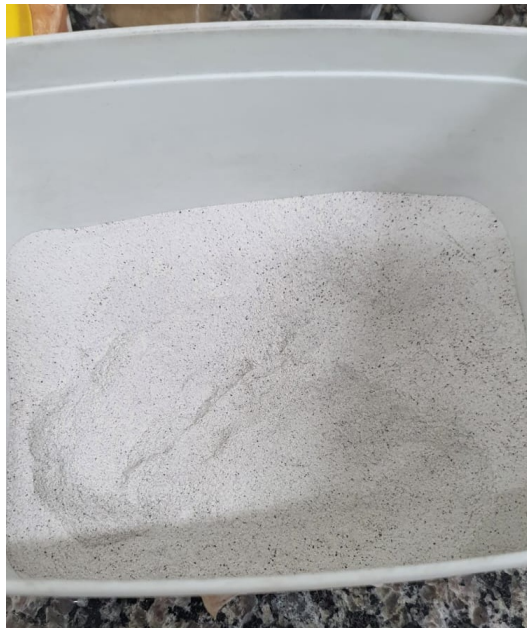
Figura 3 – Lama Siderúrgica de alto Forno BFS após preparação.



Fonte: O autor.

- O Granito com caracterização comercial rosa Iracema é um resíduo proveniente do beneficiamento de rochas ornamentais, amplamente utilizado na indústria da construção civil e gerado em grande volume durante processos de corte e polimento. Trata-se de uma rocha ígnea de granulação média a grossa, composta predominantemente por quartzo, feldspatos potássicos e plagioclásios, além de minerais acessórios como biotita e óxidos de ferro, responsáveis pela coloração rosada característica. O resíduo obtido após o serramento é constituído majoritariamente por partículas finas de silicato, apresentando elevada dureza, baixa plasticidade e comportamento essencialmente inerte durante a conformação cerâmica. Apesar disso, seu teor significativo de sílica e feldspatos pode contribuir para a formação de fases vítreas durante a sinterização, atuando como agente fundente em temperaturas mais altas e auxiliando na densificação da matriz cerâmica. A utilização desse resíduo como aditivo cerâmico promove redução do descarte ambiental e agrega valor a um subproduto abundante no estado do Ceará.

Figura 4 – Granito Rosa Iracema



Fonte: O autor.

- A água destilada utilizada na preparação das massas cerâmicas teve como finalidade garantir controle adequado do teor de umidade e evitar interferências provenientes de sais dissolvidos, íons metálicos ou matéria orgânica comumente presentes na água comum. A eliminação dessas impurezas é fundamental para assegurar maior reprodutibilidade nos experimentos, uma vez que contaminantes podem alterar a plasticidade da argila, modificar reações durante a secagem e sinterização, ou interagir com os resíduos incorporados. A água empregada no estudo foi produzida por meio de um destilador de água do tipo borbulhador/trocador térmico (ASTM INTERNATIONAL, 2011; APHA, AWWA, WEF, 2017), semelhante ao modelo Tecnal TE-2762 (CIENTÍFICOS, 2020), figure equipamento amplamente utilizado em laboratórios de química, cerâmica e microbiologia. Esse tipo de destilador opera segundo o princípio clássico da destilação simples: a água é aquecida até a ebulição em uma câmara interna, produzindo vapor que percorre um condensador tubular de vidro resfriado externamente por circulação de água. Ao se condensar, o vapor retorna ao estado líquido, agora isento de sais, sólidos dissolvidos e microrganismos, acumulando-se em um reservatório de armazenamento.

Figura 5 – Destilador de água do Laboratório de Raios-X.



Fonte: O autor.

### **3.1.2 Tratamento da Matéria Prima**

Dos insumos a serem usados nesse experimento, em especial a argila e a Lama, precisaram passar por um processo de tratamento antes de serem utilizados. Para a argila, foi necessário apenas macerar a fim de controlar sua granulometria para ser menor que 70 mesh de forma a se obter certa homogeneidade para evitar imprecisões nos ensaios de flexão. A lama siderúrgica também passa pelo mesmo processo. Porém, com a finalidade de controlar a umidade das amostras, a lama tem uma etapa anterior de secagem por 24 h na estufa a 100°C, pois esta apresentava uma umidade de cerca de 56% de água que diminuía com o tempo. Outros insumos, como a água destilada e o pó de granito, já estavam prontos para aplicação.

### **3.1.3 Montagem das Amostras**

A vidraria utilizada no preparo das amostras foi previamente lavada e seca, garantindo a ausência de contaminantes entre cada ensaio. Em balança de precisão, foram pesados 80 g da mistura composta por argila, lama siderúrgica e pó de granito, às quais se adicionou água destilada medida em proveta graduada, seguindo as proporções apresentadas na Tabela 1. A homogeneização da mistura foi realizada manualmente até a obtenção de uma massa uniforme, posteriormente transferida para a matriz de moldagem. Em seguida, a massa foi submetida à prensagem em prensa hidráulica, aplicando-se uma carga de 2 ton durante 30 segundos, resultando na conformação final em formato prismático retangular.

### **3.1.4 Secagem e Sinterização**

Após a conformação, as amostras foram submetidas a secagem em estufa por 24 horas a 100 °C, com o objetivo de eliminar completamente a umidade residual. Em seguida, suas dimensões foram medidas e registradas. Posteriormente, as amostras foram encaminhadas ao processo de sinterização, iniciando-se o aquecimento a partir de uma temperatura ambiente controlada de 30 °C até 1100 °C para as séries A e D, ou até 1200 °C para as séries B e E, sob taxa constante de 10 °C/min. Ao atingir a temperatura máxima, cada amostra permaneceu em patamar térmico por 60 Minuto (min), sendo então resfriada gradualmente no interior do próprio forno.

A figura 6 mostram as amostras logo após o processo de secagem antes de passar pela sinterização.

Figura 6 – Amostras após o processo de secagem.



Fonte: O autor.

## 3.2 Ensaios e Análises

### 3.2.1 Medidas das amostras

Após a etapa de secagem, é feita uma medida com o paquímetro das amostras preparadas, identificando a altura, o comprimento e duas medidas de profundidade de cada lado, pois, sempre após a prensagem, é observada uma pequena variação no tamanho da profundidade de cada lado.

Após o processo de sinterização, foi realizada a medição novamente, visando observar a variação das medidas observadas para verificar o comportamento das dimensões das amostras. Um exemplo de medições pode ser observado nas Figuras 7.

Figura 7 – edições da amostra A1 (a) após secagem e (b) após sinterização.



(a)



(b)

Fonte: O autor.

A empresa Cerbrás disponibilizou um flexímetro, mostrado na Figura 8, para a realização dos ensaios de flexão. Para realizar o ensaio, a amostra é colocada em um suporte de 2 cilindros, e um terceiro cilindro na parte superior aplica uma força no ponto médio da amostra até a ruptura desta. Esse ensaio fornece as informações de Força máxima [N], indicando o limite da carga suportada pelo material flexionado, o Módulo de Ruptura Módulo de Ruptura à Flexão (MRF) [ $kg/cm^2$ ], indicando a capacidade do material de resistir à flexão antes de romper, e, por último, a carga de ruptura [N], que indica o momento exato da falha estrutural.

Figura 8 – Flexímetro CT-12624 - Servitech



Fonte: Retirado do Site da Servitech: <https://servitech.com.br/produtos/fleximetro-ct-12624/>

### 3.2.2 Difração de Raios-x

A caracterização estrutural das amostras foi realizada por Difração de Raios X , utilizando um difratômetro X'Pert Pro MPD da PANalytical, configurado no arranjo  $\theta$ – $\omega$ , apropriado para análises de materiais policristalinos em geometria de reflexão. O equipamento estava acoplado ao goniômetro PW3050/60, com raio de 240 mm, permitindo elevada precisão angular devido à sua mínima resolução de  $0,001^\circ$  em  $2\theta$ . As amostras foram posicionadas em um porta-amostra do tipo Reflection–Transmission Spinner PW3064/60, que opera com rotação durante a varredura. O uso do spinner é fundamental para minimizar problemas associados à orientação preferencial dos cristais, especialmente em materiais com partículas lamelares ou alongadas como argilas e silicatos.

As amostras cerâmicas, após o teste de flexão, foram pulverizadas em almofariz até atingirem uma granulometria fina e homogênea, adequada para análise em modo de reflexão. O pó resultante foi distribuído sobre um suporte de cavidade rasa, preenchido de forma uniforme e suportado por um cilindro metálico para facilitar a movimentação da amostra.

A radiação utilizada foi gerada por um tubo de cobalto (Co), operando a 40 kV e 40 mA, condições adequadas para promover boa intensidade de sinal sem comprometer a estabilidade térmica do tubo. A linha espectral empregada corresponde à emissão  $\text{Co } K\alpha_1$ , com comprimento de onda  $\lambda = 1,78901 \text{ \AA}$ . A escolha dessa radiação se justifica devido à sua menor suscetibilidade à fluorescência em materiais ricos em ferro, como as argilas e resíduos siderúrgicos utilizados neste estudo. O feixe incidente passou por um monocromador, garantindo maior pureza espectral e redução de ruídos provenientes de radiações secundárias.

A varredura foi realizada no modo contínuo, cobrindo o intervalo de  $10,0066^\circ$  a  $99,9796^\circ$  ( $2\theta$ ). O passo angular selecionado foi de  $0,0130^\circ$ , com 67,32 segundos de integração por passo. Essa combinação resulta em um tempo total de análise elevado, mas proporciona excelente relação sinal-ruído e maior definição dos picos, especialmente importante para detectar fases minoritárias e distinguir fases de estrutura semelhante, como diferentes piroxênios. Além disso, o detector operou em modo PSD Scanning, com comprimento ativo de  $3,35^\circ$ , permitindo captura simultânea de uma faixa angular maior e reduzindo oscilações de intensidade.

A fenda divergente utilizada foi do tipo fixa, com abertura correspondente à fenda de  $1/4$ , o que fornece bom compromisso entre intensidade e resolução, especialmente adequado para amostras com superfície de difusão moderada. Todas as medições foram conduzidas à temperatura ambiente, aproximadamente  $25^\circ\text{C}$ , e com deslocamento angular do detector definido

como zero, assegurando alinhamento geométrico ideal.

Após a aquisição, os arquivos no formato .xrdml foram processados no software X'Pert HighScore Plus (PANalytical B.V., 2012), no qual foram aplicadas rotinas de correção de background, suavização de ruído e detecção automática de picos. A identificação das fases cristalinas foi realizada utilizando a base de dados disponibilizadas juntamente com o software, por meio da correlação entre posições angulares ( $2\theta$ ), espaçamentos interplanares ( $d$ ) e intensidades relativas. A análise comparativa entre amostras brutas, secas e sinterizadas permitiu observar transformações típicas de materiais cerâmicos, incluindo reorganização dos silicatos, formação de fases de alta temperatura, crescimento de piroxênios cálcicos, desenvolvimento de anortita e alterações nos óxidos de ferro decorrentes de processos redox.

A combinação das condições instrumentais empregadas, radiação Co  $K\alpha$ , passo fino, tempo elevado por passo, amostra rotacionada e monocromador no feixe incidente, garantiu alta qualidade dos difratogramas e permitiu análise detalhada das alterações estruturais induzidas pela composição e pela temperatura de sinterização.

A técnica de DRX foi aplicada tanto aos insumos previamente preparados quanto às amostras sinterizadas, com o objetivo de identificar as fases cristalinas presentes nas matérias-primas e aquelas formadas após todo o processamento. Essa comparação permitiu correlacionar a evolução das fases minerais com as propriedades físicas obtidas ao longo do estudo.

## 4 RESULTADOS

Esta seção apresenta os resultados obtidos a partir da variação sistemática das composições contendo argila, pó de granito e lama siderúrgica, bem como da aplicação de diferentes temperaturas de sinterização. Os dados foram organizados em subcapítulos incluindo: dimensões, comportamento na secagem, efeitos da sinterização, desempenho mecânico e identificação de fases cristalinas por DRX.

### 4.1 Dimensões das Amostras

As Tabelas 2, 3 e 4 apresentam, respectivamente, as dimensões obtidas após a secagem, após a sinterização e a redução percentual das dimensões. De maneira geral, observou-se que as amostras contendo maiores teores de granito exibiram menor retração linear, comportamento coerente com a maior fração de quartzo presente nesse resíduo. O quartzo é uma fase de baixa reatividade e baixa difusividade em estado sólido, o que reduz a taxa de densificação. Além disso, sua conhecida transformação alotrópica de quartzo  $\alpha$  para quartzo  $\beta$  a 573 °C, acompanhada de expansão volumétrica, tende a compensar parcialmente a contração inicial da matriz, diminuindo a retração total do corpo cerâmico.

A presença de feldspatos no granito, notadamente feldspatos potássicos e sódicos, desempenha adicionalmente o papel de fundente, reduzindo a temperatura de formação de fase líquida durante a sinterização. Embora esse efeito promova certa intensificação da densificação local, o seu impacto é limitado pela alta proporção de quartzo relativamente inerte. Assim, a adição de granito resulta em uma matriz que combina um componente fundente moderado com uma fração majoritária de fase rigidizante, resultando em retrações mais baixas.

Em contraste, as amostras com maior proporção de argila apresentaram retrações significativamente mais elevadas. Isso ocorre porque as argilas de olaria típicas da região apresentam predominância de caulinita e outros argilominerais hidratados, que durante o aquecimento sofrem desidroxilação, reorganização estrutural e posterior formação de metacaulinita e mulita — processos que favorecem maior difusão e densificação. Além disso, mesmo não sendo ricas em fundentes, essas argilas contém quantidades naturais de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos (como  $K_2O$ ,  $Na_2O$  e  $CaO$ ) associados às frações finas, os quais também contribuem para a formação de fase líquida a temperaturas mais baixas, ampliando a retração volumétrica final.

Tabela 2 – Medidas das amostras após secagem.

Amostra	C [mm]]	L [mm]]	$\bar{H}$ [mm]	V [ $cm^3$ ]
A1	116.25	23.90	13.83	38.41
A2	116.10	23.90	13.55	37.60
A3	116.20	24.00	14.15	39.46
A4	116.25	24.35	14.03	39.70
B1	116.85	24.20	13.65	38.60
B2	116.40	24.00	13.18	36.81
B3	115.20	24.05	14.25	39.48
B4	115.35	24.35	14.33	40.24
D1	116.35	23.95	13.28	36.99
D2	116.60	24.00	13.65	38.20
D3	117.10	24.35	14.35	40.92
D4	117.30	24.05	14.35	40.48
E1	116.60	24.00	13.65	38.20
E2	114.95	24.00	12.90	35.59
E3	116.65	24.15	14.40	40.57
E4	116.75	24.20	14.20	40.12

Fonte: o autor.

Tabela 3 – Medidas das amostras após sinterização.

Amostra	C [mm]]	L [mm]]	$\bar{H}$ [mm]	V [ $cm^3$ ]
A1	115.35	23.70	14.03	38.34
A2	114.90	23.90	13.20	36.25
A3	116.05	24.00	14.15	39.41
A4	117.30	23.90	14.25	39.95
B1	–	–	–	–
B2	–	–	–	–
B3	–	–	–	–
B4	–	–	–	–
D1	116.00	24.10	13.45	37.60
D2	116.60	23.95	13.70	38.26
D3	117.30	24.40	14.33	41.00
D4	116.85	24.30	14.48	41.10
E1	–	–	–	–
E2	–	–	–	–
E3	–	–	–	–
E4	–	–	–	–

Fonte: o autor.

O comportamento dimensional observado corresponde aos mecanismos clássicos de sinterização descritos por (KINGERY *et al.*, 1976), em que a composição química e a mineralogia de cada sistema controlam a predominância dos processos de difusão superficial, difusão de contorno e formação de fase líquida durante o aquecimento.

Tabela 4 – Redução nas dimensões das após a sinterização.

Amostra	C [%]	L [%]	$\bar{H}$ [%]	V [%]
A1	0.77	0.84	-1.45	0.18
A2	1.03	0.00	97.46	3.59
A3	0.13	0.00	100.03	0.13
A4	-0.90	1.85	101.64	-0.63
B1	-	-	-	-
B2	-	-	-	-
B3	-	-	-	-
B4	-	-	-	-
D1	0.30	-0.63	101.29	-1.65
D2	0.00	0.21	100.37	-0.16
D3	-0.17	-0.21	99.82	-0.20
D4	0.38	-1.04	100.85	-1.53
E1	-	-	-	-
E2	-	-	-	-
E3	-	-	-	-
E4	-	-	-	-

Fonte: o autor.

## 4.2 Umidade

As formulações com menor teor de água (10%) apresentaram maior coesão durante a prensagem e menor perda de material aderido às paredes da matriz. Esse comportamento é típico de massas cerâmicas com menor plasticidade e maior rigidez inicial, o que facilita a transmissão da pressão uniaxial.

A menor quantidade de água contribuiu ainda para reduzir o risco de falhas internas durante a secagem, minimizando a formação de microfissuras que podem atuar como iniciadores de trinca durante o ensaio de flexão (FERREIRA; HOLANDA, 2014).

Em contraste, massas com 15% de água apresentaram melhor homogeneização, porém maior risco de retenção de água interna e consequente formação de vapor durante o aquecimento, favorecendo rupturas espontâneas (FERREIRA *et al.*, 2014).

## 4.3 Sinterização

Os resultados obtidos durante a sinterização das amostras revelam uma forte influência da composição mineralógica sobre o comportamento térmico e a estabilidade dimensional dos corpos cerâmicos. Nas formulações contendo maior proporção de granito, observou-se tendência à deformação e, em alguns casos, perda de estabilidade geométrica, especialmente nas amostras sinterizadas a 1200 °C. Esse comportamento está diretamente relacionado à ação do feldspato presente no granito, que atua como fundente e reduz significativamente a temperatura

de formação da fase líquida. Quando essa fusão ocorre de maneira abrupta ou em quantidade excessiva, o líquido de baixa viscosidade — característico sobretudo dos feldspatos sódicos — pode promover escoamento interno da massa, levando à piroplasticidade e ao consequente empenamento da peça.

O processo de fusão parcial do feldspato favorece a formação de uma fase vítrea que preenche os poros, promove densificação e cimenta as partículas, contribuindo para a coesão do corpo cerâmico. No entanto, conforme discutido por (RIELLA *et al.*, 2002), o efeito benéfico desse líquido depende fortemente de sua viscosidade e de sua quantidade relativa. Nas amostras deste estudo, o aumento de temperatura associado ao maior teor de fundente favoreceu a formação de um líquido excessivamente fluido, o que explica a deformação observada em algumas composições.

Além disso, em diversas amostras foram identificadas regiões com poros fechados após a queima. Esse aprisionamento de gases é crítico, pois, como destacado por (NORTON, 1973), tensões internas geradas nesses poros podem resultar em microtrincas ou mesmo rupturas inesperadas durante o ciclo térmico. Tal fenômeno foi particularmente evidente em formulações com umidade residual mais elevada, nas quais foram registradas rupturas espontâneas ainda nas etapas iniciais de sinterização, atribuídas à expansão do vapor d'água aprisionado na matriz porosa.

Assim, os resultados obtidos confirmam que o equilíbrio entre teor de feldspato, controle da umidade, temperatura máxima e taxa de formação de fase líquida é determinante para a estabilidade dimensional e integridade mecânica das peças sinterizadas. A combinação desses fatores explica tanto a deformação observada nas amostras ricas em granito quanto as falhas relacionadas à retenção de umidade nas demais composições.

O comportamento térmico das amostras demonstrou forte dependência da composição e do teor de umidade residual. As amostras sinterizadas em temperaturas mais elevadas (1200 °C) apresentaram, em alguns casos, coloração mais escura, atribuída à redução parcial de  $Fe_2O_3$  para  $Fe_3O_4$ . Também foram observadas rupturas espontâneas durante a sinterização, sobretudo em amostras com maior teor de água. Segundo a literatura, a umidade aprisionada pode gerar pressões internas significativas devido à expansão do vapor em canais porosos, ocasionando fraturas ainda nas etapas iniciais do aquecimento, antes mesmo da consolidação microestrutural.

As análises por difração de raios X confirmam a formação de novas fases minerais, incluindo silicatos de cálcio, feldspatos modificados e piroxênios ricos em ferro, evidenciando

que a sinterização ocorreu de forma parcial dentro do intervalo térmico aplicado. A presença de fases como  $CaFe(Si_2O_6)$  e  $CaAl_2Si_2O_8$  indica fusão incipiente e reação entre componentes da lama siderúrgica e da matriz argilosa, corroborando a ocorrência de interações químicas durante o processo de queima.

#### 4.4 Flexão

Foram testadas 10 amostras, correspondentes às séries A e D, além das amostras B3 e B4. As demais amostras das séries B e E apresentaram defeitos severos durante a sinterização, impossibilitando a realização dos ensaios de flexão. Com exceção de B3 e B4, que se mantiveram estruturalmente viáveis, os corpos dessas séries exibiram fratura espontânea, fissuração interna e deformações piropásticas acentuadas, de modo que seus resultados mecânicos não seriam representativos. Para a preparação posterior das análises de difração de raios X, essas amostras foram então fragmentadas manualmente.

Tabela 5 – Resultados dos ensaios de flexão

Amostra	Flexão [ $kg/cm^2$ ]
A1	17,66
A2	4,31
A3	2,08
A4	3,34
B1	-
B2	-
B3	20,73
B4	22,79
D1	4,04
D2	2,61
D3	1,97
D4	1,90
E1	-
E2	-
E3	-
E4	-

Fonte: o autor.

Os valores de resistência à flexão obtidos encontram-se na Tabela 5, onde se observam diferenças marcantes entre amostras sinterizadas a 1100 °C e 1200 °C. A degradação severa observada nas séries B e E está diretamente associada ao maior teor de umidade residual e à composição mais rica em feldspato e quartzo, que juntos influenciam profundamente o comportamento térmico. Conforme descrito por (RAHAMAN, 2003) e (SILVA *et al.*, 2007b), a água aprisionada em poros fechados expande-se rapidamente quando submetida a temperaturas

superiores a 100 °C. Caso a eliminação não ocorra de forma uniforme, o vapor pressurizado gera tensões internas capazes de produzir rupturas explosivas ainda nas etapas iniciais da sinterização.

Somado a isso, a formação prematura de fase líquida, resultado da ação fundente dos feldspatos presentes no granito, pode reduzir a viscosidade da matriz silicatada, ocasionando escoamento localizado e perda de estabilidade dimensional, conforme discutido por (RIELLA *et al.*, 2002). Nas amostras das séries B e E, a combinação entre fusão excessiva, presença de umidade aprisionada e tensões térmicas provenientes das transformações do quartzo (de quartzo  $\alpha$  para quartzo  $\beta$  a 573 °C potencializou a formação de trincas internas, culminando na falha total da maioria dos corpos de prova. O escurecimento observado em algumas peças sinterizadas a 1200 °C é compatível com a redução parcial de  $Fe_2O_3$  para  $Fe_3O_4$ , fenômeno favorecido em microambientes pouco oxigenados dentro de fissuras e regiões colapsadas (BARSOUM, 2003).

As amostras B3 e B4 representaram exceções, preservando integridade estrutural suficiente para realização do ensaio de flexão. Fatores como menor teor de umidade inicial, melhor compactação na prensagem e microestrutura mais homogênea favoreceram sua sobrevivência ao ciclo térmico agressivo de 1200 °C. Consequentemente, apresentaram as maiores resistências à flexão, destacando o papel positivo da formação controlada de fase vítrea na coesão da microestrutura — mecanismo amplamente descrito por (KINGERY *et al.*, 1976).

Apesar de os valores de resistência à flexão fornecerem tendências relevantes sobre o efeito da composição e da sinterização, não é possível comparar diretamente os resultados com padrões normativos, como American Society for Testing and Materials (ASTM) C1161 (ensaio de flexão em cerâmicas avançadas) (ASTM International, 2018) ou NBR 13818 (especificação para placas cerâmicas) (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1997). Isso se deve à ausência de padronização geométrica e ao método de conformação utilizado no presente trabalho, que difere significativamente das dimensões, proporções e condições prescritas por essas normas.

Da mesma forma, não é possível comparar os resultados com valores típicos divulgados para cerâmicas comerciais, pois cada indústria utiliza geometrias, porosidades, composições, ciclos térmicos e métodos de conformação próprios. Na ausência de uma norma unificada para corpos prismáticos destinados especificamente ao ensaio de flexão em cerâmica vermelha, os valores obtidos neste estudo devem ser interpretados apenas de forma comparativa entre as próprias séries, e não como equivalentes aos materiais comerciais.

Os ensaios de flexão foram realizados nas amostras que permaneceram estruturalmente íntegras após o processo de sinterização. Contudo, observou-se que uma parte significativa

dos corpos de prova pertencentes aos grupos B e E apresentou escurecimento acentuado, fissuração interna e fratura espontânea após a etapa de queima a 1200 °C, o que impossibilitou sua utilização nos ensaios mecânicos (com exceção das amostras B3 e B4 que apresentaram fissuras menores possibilitando os testes).

#### 4.4.1 Inferências estatísticas com base nos ensaios de flexão.

Com base nos valores obtidos nos ensaios de flexão, foram calculadas as médias 4.1, desvios-padrão 4.2 e coeficientes de variação (CV) 4.3 de cada série, utilizando as expressões:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (4.1)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (4.2)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad (4.3)$$

A Série A, apresentou média de  $6,85\text{kg}/\text{cm}^2$ , desvio-padrão de  $7,14\text{kg}/\text{cm}^2$  e CV  $\approx 104\%$ , indicando altíssima dispersão. Essa variabilidade reflete a baixa homogeneidade microestrutural do grupo, associada à maior sensibilidade das composições ricas em argila ao teor de umidade inicial e ao nível de compactação durante a prensagem.

A Série D apresentou comportamento semelhante, embora menos extremo, com média de  $2,63\text{kg}/\text{cm}^2$ , desvio-padrão de  $0,94\text{kg}/\text{cm}^2$  e CV  $\approx 35,8\%$ . Essa dispersão moderada indica que, embora existam diferenças significativas entre as amostras, houve maior consistência interna quando comparada ao grupo A.

Já a Série B, representada apenas pelas amostras B3 e B4, as únicas estruturalmente íntegras após sinterização a 1200 °C, apresentou a maior média entre todas as formulações  $21,76\text{kg}/\text{cm}^2$ , acompanhada de desvio-padrão de  $1,46\text{kg}/\text{cm}^2$  e CV  $\approx 6,7\%$ , demonstrando excelente reprodutibilidade. Essa baixa variabilidade indica microestrutura mais uniforme, menor quantidade de defeitos pré-existentes e melhor densificação, coerente com o comportamento esperado para composições contendo quantidade moderada de granito.

Ao comparar os valores obtidos neste estudo com referências normativas e com trabalhos científicos previamente publicados, torna-se evidente que os resultados apresentados devem ser interpretados exclusivamente dentro do escopo experimental adotado, uma vez que não seguem padrões internacionais de preparação de corpos de prova. A norma ASTM C1161 (ASTM International, 2018), amplamente utilizada para ensaios de flexão em cerâmicas avançadas, especifica requisitos rigorosos quanto à geometria dos corpos (relação comprimento/espessura, acabamento superficial, tolerâncias dimensionais e orientação de carregamento), fatores que exercem influência direta no módulo de ruptura (MRF). Da mesma forma, a NBR 13818 (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1997), voltada para placas cerâmicas de revestimento, estabelece métodos de ensaio e critérios de desempenho que não se aplicam a corpos prismáticos produzidos por moldagem laboratorial. Assim, devido à ausência de padronização geométrica e às diferenças no método de conformação, os valores aqui reportados não podem ser comparados de forma quantitativa com materiais comerciais ou com os limites prescritos por tais normas.

Além disso, a literatura demonstra que cerâmicas estruturais produzidas com argila comum e resíduos industriais tendem a apresentar resistência mecânica moderada, usualmente entre 20 e 80 Megapascal (MPa) (aprox. 200 a 800 kg/cm<sup>2</sup>), dependendo da compactação, granulometria, umidade e temperatura de queima. Trabalhos como (SILVA *et al.*, 2007b) e pesquisas semelhantes envolvendo a incorporação de resíduos de granito e lama siderúrgica reportam valores de resistência inferiores quando a microestrutura apresenta porosidade elevada, trincas internas ou formação inadequada de fase vítrea — mecanismos que coincidem com os observados nas séries A e D deste estudo. Assim, os baixos valores médios obtidos (entre 1,9 e 6,8 kg/cm<sup>2</sup>) refletem a grande porosidade residual, a heterogeneidade microestrutural, e a eliminação incompleta de água, associados a ciclos térmicos que não foram otimizados para maximizar densificação.

No entanto, as amostras B3 e B4 apresentaram desempenho mais coerente com o relatado na literatura para composições contendo fundentes naturais, alcançando resistências próximas às registradas em estudos com adições moderadas de feldspato ou granito. O comportamento superior dessas amostras reforça o papel da formação controlada de fase líquida na coesão microestrutural durante a sinterização — fenômeno amplamente discutido por (KINGERY *et al.*, 1976). Ao mesmo tempo, as diferenças abruptas entre as séries evidenciam a necessidade de maior controle sobre umidade inicial, taxa de prensagem, granulometria, e tempo em patamar

térmico, fatores críticos para reprodutibilidade mecânica conforme demonstrado em estudos prévios e nas recomendações das normas internacionais.

Dessa forma, ainda que os valores obtidos estejam abaixo daqueles reportados em sistemas cerâmicos comerciais ou padronizados, eles são plenamente explicáveis pelo conjunto de variáveis experimentais adotadas. Além disso, destacam a relevância de esforços futuros para o estabelecimento de normas específicas para corpos de prova prismáticos utilizados em pesquisas com cerâmica vermelha, uma vez que a ausência dessa padronização limita a comparação direta entre trabalhos científicos, resultados laboratoriais e produtos industriais.

#### 4.5 Difração de Raios-x

A identificação das fases cristalinas presentes nas amostras foi realizada utilizando o *software X'Pert HighScore Plus* (PANalytical B.V., 2012). O tratamento inicial dos dados envolveu o pré-processamento automático do difratograma, incluindo correção do fundo pelo método *Flat Background* e *More Background*, suavização adaptativa (*adaptive smoothing*) e interpolação do passo angular para aproximadamente  $0,01^\circ$  em  $2\theta$ . Essa etapa reduziu ruídos experimentais, estabilizou a linha de base e garantiu que as posições e intensidades dos picos fossem extraídas com maior precisão.

A detecção dos picos foi realizada pelo algoritmo baseado na segunda derivada, ajustado para identificar picos com significância mínima 2 e larguras compatíveis com fases cristalinas típicas de silicatos e óxidos. Foram incluídos também picos adicionais identificados manualmente, garantindo que todos os contribuintes relevantes fossem considerados, sobretudo em regiões onde havia sobreposição de sinais ou baixa intensidade.

Após a identificação dos picos, foi aplicado o procedimento de ajuste de perfil, refinando posições, intensidades, larguras e formato dos picos. Esse refinamento permitiu obter um conjunto de parâmetros cristalográficos mais preciso para alimentação do algoritmo de *Search & Match*, reduzindo ambiguidades na identificação.

A identificação das fases foi conduzida pelo modo *multi-phase Search & Match*, comparando o conjunto de picos refinados com o banco de dados. O algoritmo utilizou critérios rigorosos, incluindo um filtro de elementos químicos utilizado acrescentado para evitar a inclusão de elementos similares na identificação de fases. Esse filtro é para ser feito com base no ensaio de fluorescência de raios-x, porém, devido a falta de recursos para a realização dessa análise para esse trabalho, foi feito com base nos elementos mais comuns presentes em cada amostra

(incluindo os insumos) levando em consideração a sua composição já conhecida.

Esse procedimento resultou na identificação de fases características das composições cerâmicas estudadas, incluindo quartzo, feldspatos cálcicos (anortita), piroxênios cálcicos, espinélios e óxidos de ferro, cuja formação está diretamente relacionada às reações entre argila, granito e lama siderúrgica durante a sinterização. A associação dessas fases foi posteriormente utilizada para discutir a evolução microestrutural e sua influência sobre o desempenho mecânico das amostras.

O resultado da difração de raios-x das amostras obtidas levou a identificação das seguintes fases:

Tabela 6 – Fases encontradas pela difração de raios-x das matérias primas.

Amostra	Fase	Fórmula
Argila	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Sodium Calcium Aluminum Silicate	(Na,Ca)Al(Si,Al) <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
	Potassium Aluminum Silicate	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
	Potassium Aluminum Silicate Hydroxide	K <sub>0.96</sub> Al <sub>1.88</sub> (Si <sub>3</sub> Al) <sub>0.955</sub> O <sub>10</sub> ((OH) <sub>1.8</sub> O <sub>0.2</sub> )
	Sodium Titanium Silicate	Na <sub>2</sub> (TiSi <sub>5</sub> O <sub>13</sub> )
Granito	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Sodium Aluminum Silicate	Na(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )
	Potassium Aluminum Silicate	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
	Potassium Magnesium Aluminum Silicate	(K,H) <sub>2</sub> (Mg,Fe <sup>2+</sup> ) <sub>2</sub> (Al,Fe <sup>3+</sup> ) <sub>2</sub> (SiO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>
	Sodium Calcium Aluminum Silicate	(Na,Ca)Al(Si,Al) <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
Lama	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Iron Phosphate	Fe <sub>7</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>6</sub>
	Calcium Magnesium Silicate	CaMg(SiO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
	Calcium Aluminum Iron Oxide	CaAl <sub>4</sub> Fe <sub>8</sub> O <sub>19</sub>

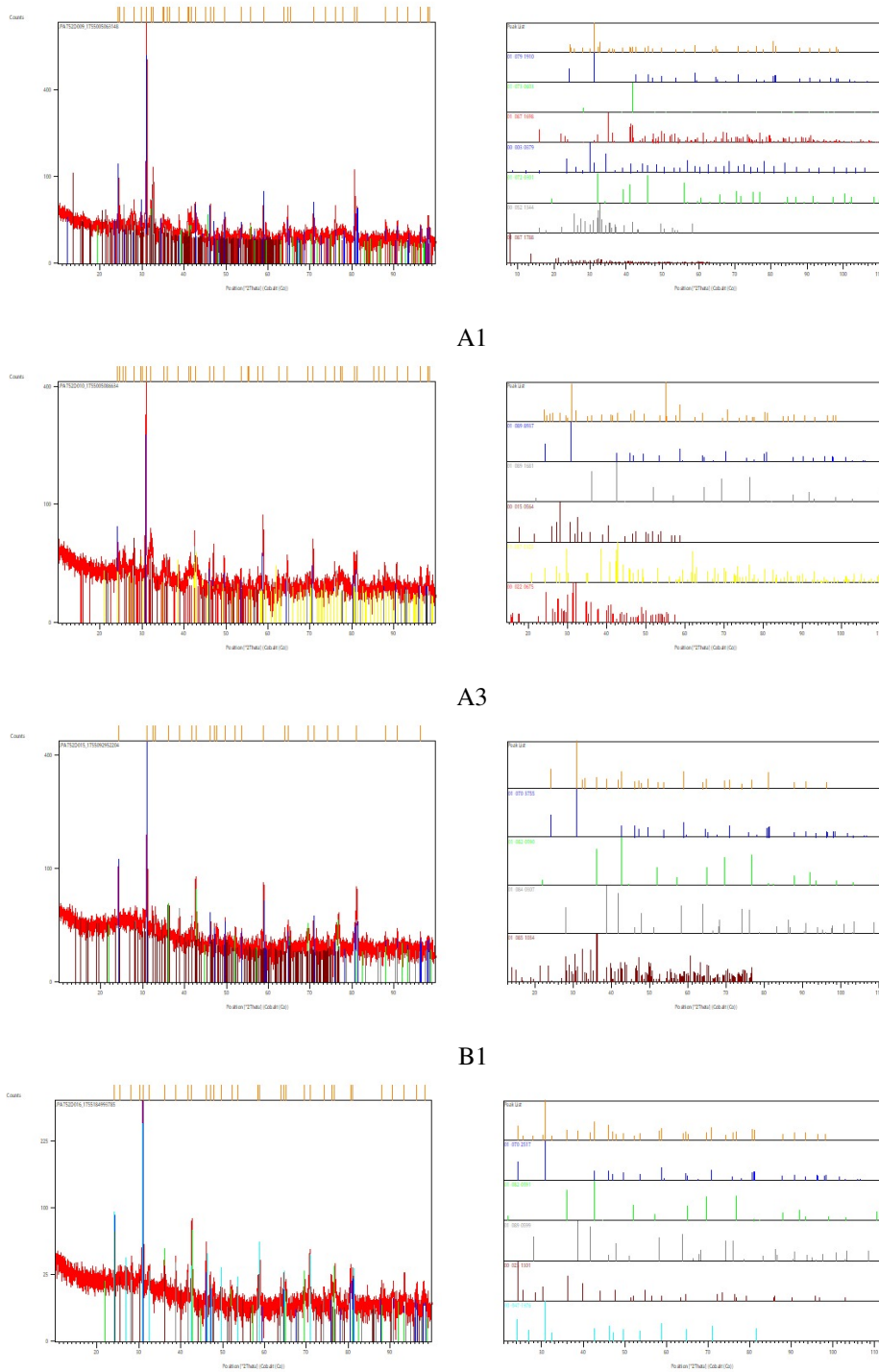
Fonte: o autor.

Tabela 7 – Fases encontradas pela difração de raios-x das matérias primas.

Amostra	Fase	Fórmula
A1	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Calcium Iron Silicate	CaFe(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )
	Iron Phosphate	FePO <sub>4</sub>
	Calcium Silicon	CaSi <sub>2</sub>
	Calcium Aluminum Silicate Potassium Aluminum Silicate	Ca <sub>0.88</sub> XS <sub>0.12</sub> Al <sub>1.77</sub> Si <sub>2.23</sub> O <sub>8</sub> K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )
A3	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Aluminum Oxide	(Fe <sub>0.866</sub> Al <sub>0.134</sub> )(Al <sub>1.866</sub> Fe <sub>0.134</sub> )O <sub>4</sub>
	Silicon Phosphate Oxide	SiP <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
	Iron Silicate	Fe <sub>2</sub> (SiO <sub>4</sub> )
	Potassium Aluminum Silicate	KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
B1	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Aluminum Oxide	(Fe <sub>0.826</sub> Al <sub>0.174</sub> )(Al <sub>1.826</sub> Fe <sub>0.174</sub> )O <sub>4</sub>
	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Calcium Manganese Silicate	Ca <sub>0.36</sub> Mn <sub>0.64</sub> SiO <sub>3</sub>
B3	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Aluminum Oxide	(Fe <sub>0.821</sub> Al <sub>0.179</sub> )(Al <sub>1.821</sub> Fe <sub>0.179</sub> )O <sub>4</sub>
	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Phosphorus Oxide	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
	Silicon Sulfide	SiS <sub>2</sub>
D1	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Calcium Aluminum Silicate	CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub>
	Iron Oxide Potassium Aluminum Silicate	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> KAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
D3	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Calcium Aluminum Silicate	Ca(Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )
	Iron Oxide Potassium Aluminum Silicate	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> K(AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )
E1	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Aluminum Oxide	(Fe <sub>0.865</sub> Al <sub>0.135</sub> )(Al <sub>1.865</sub> Fe <sub>0.135</sub> )O <sub>4</sub>
	Iron Titanium Oxide Sulfito	Fe <sub>0.08</sub> TiO <sub>2.24</sub> (SO <sub>3</sub> ) <sub>1.3</sub>
	Aluminum Iron	Fe <sub>3</sub> Al
	Phosphorus Oxide	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
E3	Silicon Oxide	SiO <sub>2</sub>
	Iron Aluminum Oxide	(Fe <sub>0.865</sub> Al <sub>0.135</sub> )(Al <sub>1.865</sub> Fe <sub>0.135</sub> )O <sub>4</sub>
	Iron Oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Calcium Aluminum Silicate	CaAl <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub>

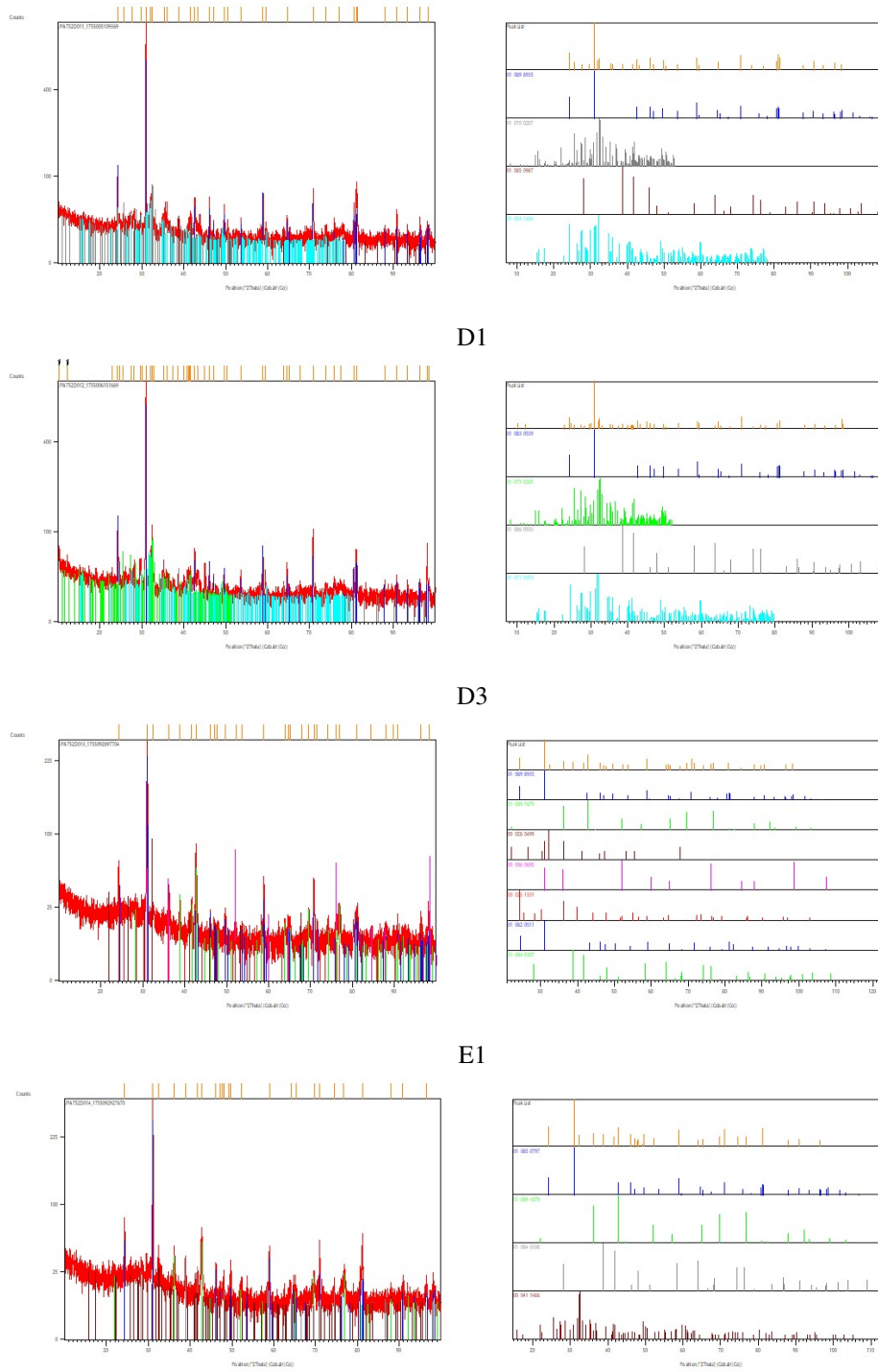
Fonte: o autor.

Figura 9 – Difração de Raios-X para as amostras A1, A3, B1 e B3



B3  
Fonte: O autor.

Figura 10 – Difração de Raios-X para as amostras D1, D3, E1 e E3



E3  
Fonte: O autor.

As fases identificadas nas matérias-primas (Tabela 6) confirmam o caráter mineralógico esperado dos insumos utilizados. A argila apresentou predominantemente quartzo  $SiO_2$ , feldspatos sódico-cálcicos e potássicos  $(Na,Ca)Al(Si,Al)_3O_8$  e  $KAlSi_3O_8$ , além de pequenas quantidades de silicatos titaníferos, coerentes com argilas de uso estrutural. O granito exibiu composição essencialmente feldspática, reforçando seu papel como fundente, enquanto a lama siderúrgica revelou altos teores de óxidos de ferro  $Fe_2O_3$ , fosfatos e silicatos cálcico-magnesianos, indicando sua origem em sistemas úmidos de lavagem de gases e decantação de partículas finas (SANTOS, 2002).

Nas amostras sinterizadas (Tabela 7), observou-se a coexistência de fases primárias remanescentes das matérias-primas e fases neoformadas durante o tratamento térmico. Entre as fases remanescentes, destacam-se o quartzo  $SiO_2$ , identificado em todas as composições, os feldspatos potássicos  $KAlSi_3O_8$  e sódico-cálcicos, e os óxidos de ferro. A persistência de quartzo, especialmente nas amostras D e E, está em concordância com os resultados de retração linear reduzida dessas séries e com o caráter refratário das composições mais ricas em argila, já discutido anteriormente.

Ainda na tabela 7 foi identificado o composto: Calcium Aluminium Silicate ( $Ca_{0.88}XSi_{0.12}Al_{1.77}Si$ ) que é um tipo de anortita. A fase e composição foi retirada diretamente do banco de dados do Software onde ele apresenta um X que para esse composto, no contexto desse trabalho, se refere ao elemento K provenientes dos feldspatos presentes no granito.

As fases formadas durante a sinterização são consistentes com o comportamento térmico observado:

- piroxênios cálcico-férricos  $CaFe(SiO_6)$ ,
- anortita  $CaAl_2Si_2O_8$ ,
- espinélios férrico-aluminosos  $FeAl_2O_4$ ,
- olivina férrica  $Fe_2SiO_4$ .

Nos difratogramas apresentados, as barras laranjas posicionadas acima de cada gráfico correspondem aos picos identificados automaticamente pelo *software X'Pert HighScore Plus* (PANalytical B.V., 2012). As demais barras coloridas sobrepostas ao padrão experimental representam as posições esperadas dos picos das fases cristalinas determinadas na análise, enquanto o gráfico à direita apresenta esses padrões separados por fase para facilitar a visualização. Cada conjunto de barras é exibido em uma cor distinta, permitindo diferenciar claramente fases como quartzo, hematita, magnetita, anortita ou piroxênios. A altura relativa das barras indica

qualitativamente a intensidade teórica dos picos, conforme registrado nas fichas cristalográficas do banco de dados, e suas posições no eixo  $2\theta$  mostram onde tais reflexões deveriam ocorrer na amostra. Assim, a correspondência entre as barras teóricas e o difratograma experimental auxilia na confirmação das fases presentes, na verificação do ajuste entre os padrões observados e os de referência e na identificação de picos sobrepostos ou próximos.

A presença dessas fases indica que ocorreram reações no estado sólido, ativadas pela presença de fundentes do granito e pelas espécies ricas em ferro da lama. A formação de anortita e piroxênios, em particular, é típica de sistemas silicato–aluminato submetidos a temperaturas superiores a 1100 °C, reforçando que a sinterização foi suficiente para promover fusão incipiente e evolução microestrutural mais intensa nas séries tratadas a 1200 °C.

Os difratogramas das Figuras 9 e 10 mostram tendências claras entre composição, evolução de fases e comportamento mecânico onde amostras com maior resistência (B3 e B4) exibiram maior proporção de fases densificantes (espinélio e anortita) e menor quantidade de quartzo residual. Isso confirma a maior reatividade da composição com cerca de 15% de granito, favorecendo a formação de fase líquida vítrea durante a sinterização. Os altos valores de resistência à flexão obtidos são compatíveis com o maior grau de densificação observado e com a literatura clássica sobre sinterização líquida (KINGERY *et al.*, 1976; RAHAMAN, 2003).

Amostras de menor resistência (séries A e D) apresentaram predomínio de quartzo e menor formação das fases neoformadas mencionadas. Isso explica:

- a maior retração das formulações mais ricas em argila (série A),
- a baixa resistência mecânica das séries A e D,
- a heterogeneidade microestrutural observada (confirmada pelo alto coeficiente de variação nessas séries).

Amostras com falhas e rupturas térmicas (séries B e E) que sofreram escurecimento, fratura espontânea e perda de integridade após sinterização mostraram fases associadas a ambientes de baixa oxigenação e possível redução, como:

- $Fe_3O_4$  derivado da redução parcial de  $Fe_2O_3$ ,
- silicatos cálcico-magnesianos mal cristalizados,
- fosfatos parcialmente fundidos.

Esses achados são coerentes com o fenômeno de aprisionamento de umidade e ruptura explosiva relatado na literatura para corpos cerâmicos argilosos (SILVA *et al.*, 2007b; BARSOUM, 2003).

A análise integrada das DRXs com os resultados de resistência e retração indica que o desempenho final dos corpos de prova foi controlado pela competição entre maior teor de fundentes (granito) (promove maior formação de fases densificantes e aumento da resistência mecânica (caso de B3 e B4)) e maior teor de argila e umidade residual (favorece a permanência de quartzo, maior retração térmica, baixa sinterabilidade e maior incidência de defeitos).

Assim, o conjunto das fases identificadas, remanescentes e neoformadas, confirma o papel determinante da composição e da temperatura na evolução microestrutural das cerâmicas estudadas e explica de forma consistente os padrões mecânicos e as falhas observados ao longo do trabalho.

A comparação entre os resultados obtidos neste trabalho e os achados das pesquisas anteriores evidencia avanços importantes na compreensão do comportamento cerâmico de misturas contendo resíduos industriais. Enquanto estudos prévios observaram elevada absorção de água e baixa resistência mecânica quando a lama siderúrgica foi utilizada de forma isolada ou com proporções reduzidas de sílica, os resultados do presente trabalho demonstram que a inclusão do pó de granito contribui significativamente para uma maior densificação das amostras e redução de defeitos associados à expansão térmica. Além disso, a extensão da faixa de temperaturas empregadas na sinterização, especialmente a utilização de 1200 °C, permitiu observar mecanismos de fusão parcial e formação de fases cristalinas que não haviam sido identificados em pesquisas anteriores, realizadas em temperaturas inferiores. Esses fatores explicam o aumento de resistência mecânica observado em determinadas formulações e reforçam a importância do ajuste conjunto entre composição e ciclo térmico (MACIEL, 2022; NASCIMENTO, 2023).

## 5 CONCLUSÕES E DISCUSSÃO

### 5.1 Discussão

Os resultados obtidos demonstram que a variação das proporções de argila, granito e lama siderúrgica exerce influência direta sobre o comportamento térmico, dimensional, microestrutural e mecânico das cerâmicas obtidas. A análise integrada de retração, massa específica, resistência mecânica e DRX permitiu compreender os mecanismos que controlam a densificação e a formação de fases em cada composição.

As amostras com maior teor de argila apresentaram maior retração linear, comportamento típico de massas argilosas ricas em argilominerais hidratados. A desidroxilação e a reorganização estrutural desses minerais intensificam a contração volumétrica e favorecem a formação de fase líquida inicial. Por outro lado, o aumento do teor de granito reduziu a retração, resultado associado à maior estabilidade térmica dos silicatos ígneos presentes (quartzo e feldspatos), que apresentam menor reatividade nas etapas iniciais de aquecimento.

Do ponto de vista mecânico, observou-se que composições com teor moderado de granito, em torno de 15%, apresentaram o melhor desempenho, especialmente quando sinterizadas a 1200 °C. Nesses casos, verificou-se a formação controlada de fase vítrea e o desenvolvimento de fases cristalinas de alta temperatura, incluindo anortita, piroxênios e espinélios, que contribuíram para o aumento da rigidez e da resistência à flexão. Esses resultados corroboram os mecanismos clássicos de sinterização por fase líquida descritos por (RAHAMAN, 2003; KINGERY *et al.*, 1976).

Entretanto, teores elevados de granito comprometeram a integridade das amostras. As composições mais ricas em feldspatos sódicos e potássicos geraram quantidade excessiva de fase líquida, diminuindo sua viscosidade e favorecendo deformações piropásticas, fechamento prematuro de poros e formação de tensões internas. A DRX mostrou maior formação de anortita e piroxênios nessas amostras, indicando reatividade exacerbada, consistente com a perda de coesão microestrutural observada.

Outro aspecto crítico foi a ocorrência de falhas explosivas durante a sinterização das séries B e E. A ruptura antes do atingimento de 1200 °C foi atribuída à retenção de umidade em poros fechados e sua conversão rápida em vapor sob altas taxas de aquecimento. A pressão interna resultante provocou fraturas catastróficas, fenômeno amplificado por microambientes redutores associados à decomposição de óxidos de ferro.

Adicionalmente, verificou-se que a pressão de prensagem influenciou significativamente a permeabilidade das amostras e sua capacidade de liberação de umidade. Pressões excessivas reduziram a porosidade inicial e dificultaram o escape de fluidos, contribuindo para a ocorrência de falhas térmicas.

Visitas técnicas realizadas à indústria Cerbrás permitiram identificar um desafio adicional: a ausência de uma padronização nacional amplamente adotada para a confecção de corpos de prova destinados aos ensaios de flexão. Observou-se que diferentes indústrias e laboratórios utilizam geometrias, dimensões e condições de conformação distintas, o que impossibilita comparações diretas entre resultados, compromete a confiabilidade dos ensaios e dificulta o desenvolvimento de metodologias unificadas. Tal cenário ressalta a importância prática deste estudo, destacando a necessidade de esforços futuros de normalização para o setor cerâmico brasileiro, especialmente no contexto de cerâmicas estruturais produzidas com resíduos industriais..

A realização de análises térmicas complementares — como TG/TGA, DTA e DSC — teria proporcionado compreensão ainda mais precisa dos eventos físicos e químicos responsáveis pela eliminação de água, formação de fase líquida e estabilidade térmica das composições. Normas como ISO 11358-1, ASTM E1131, ASTM E365, ASTM C24 e ISO 501 oferecem metodologias consolidadas para tais caracterizações e representam caminhos importantes para trabalhos futuros.

De forma geral, os resultados reforçam que a incorporação de resíduos industriais é viável, mas requer controle rigoroso da proporção de granito, da pressão de conformação, da secagem e do perfil de aquecimento, a fim de garantir estabilidade microestrutural e desempenho mecânico adequado.

## 5.2 Conclusão

A incorporação de pó de granito e lama siderúrgica em matrizes argilosas mostrou-se tecnicamente viável, evidenciando o potencial desses resíduos como matérias-primas alternativas dentro de um modelo de economia circular. O estudo permitiu identificar limites composicionais, parâmetros de processamento e fatores críticos que influenciam diretamente o desempenho mecânico e microestrutural das cerâmicas produzidas.

Os resultados deste trabalho, quando analisados em conjunto com as pesquisas desenvolvidas nos anos anteriores, demonstram claramente a evolução técnica e científica da

linha de estudo voltada ao reaproveitamento de resíduos industriais na cerâmica vermelha. Os estudos iniciais evidenciaram a viabilidade da lama siderúrgica como insumo cerâmico, embora suas limitações, como altos teores de ferro e zinco, tenham exigido ajustes nas formulações. A presente pesquisa contribui ao mostrar que a combinação desse resíduo com o pó de granito permite aprimorar significativamente a densificação, reduzir defeitos como trincas e variações de cor e aumentar a resistência mecânica das amostras, especialmente quando submetidas a sinterizações em temperaturas mais elevadas. Dessa forma, os resultados obtidos reforçam a aplicabilidade técnica e ambientalmente sustentável dessas misturas para a produção de cerâmicas estruturais, ao mesmo tempo em que apontam caminhos promissores para formulações futuras e para a consolidação de práticas industriais alinhadas à economia circular (MACIEL, 2022; NASCIMENTO, 2023).

Verificou-se que teores moderados de granito, em torno de 15%, associados à sinterização a 1200 °C, resultam nas melhores propriedades mecânicas. Nessa condição, há formação equilibrada de fase vítrea e desenvolvimento de fases cristalinas reativas (anortita, piroxênios e espinélios), que contribuem para a densificação e aumentam a resistência à flexão.

Em contrapartida, composições com teores elevados de granito apresentaram queda significativa de desempenho, deformações, fissuração interna e, em alguns casos, ruptura espontânea ainda durante a sinterização. Tais instabilidades ocorrem devido ao excesso de fase líquida de baixa viscosidade produzida pelos feldspatos, confirmando a existência de um limite máximo de adição de granito acima do qual a microestrutura perde coesão e se torna suscetível a falhas térmicas e mecânicas.

As falhas explosivas observadas nas séries B e E reforçam a importância do controle rigoroso das etapas de secagem e aquecimento, evidenciando que a retenção de umidade e a formação de vapor aprisionado são fatores críticos para a integridade estrutural das peças.

A análise de DRX foi fundamental para compreender a evolução das fases durante o aquecimento, confirmando que o desempenho das cerâmicas está diretamente relacionado à formação de fases densificantes. Aliada às observações térmicas e mecânicas, essa análise permitiu estabelecer uma correlação clara entre composição, microestrutura e propriedades.

Também foi constatado que não há padronização setorial no Brasil para corpos de prova de flexão utilizados em cerâmica vermelha. Essa lacuna afeta a comparabilidade entre laboratórios e a confiabilidade dos resultados, reforçando a necessidade de desenvolvimento de normas específicas ou adaptação das normas internacionais já consolidadas.

Em síntese, o trabalho demonstrou que a utilização de resíduos industriais em formulações cerâmicas é promissora e ambientalmente favorável, desde que se estabeleçam limites composicionais e diretrizes claras de processamento. Os resultados obtidos contribuem tanto para o conhecimento científico quanto para a aplicação industrial, fornecendo subsídios para o desenvolvimento de cerâmicas mais eficientes, sustentáveis e de melhor desempenho.

Além das contribuições técnico-científicas obtidas, os resultados deste estudo também evidenciam o potencial para aplicações em pisos cerâmicos. De acordo com a ABNT NBR 13818, pisos cerâmicos devem atender a requisitos rigorosos de absorção de água, resistência mecânica, resistência à abrasão e estabilidade dimensional, parâmetros fortemente influenciados pela microestrutura desenvolvida durante a sinterização. As amostras contendo cerca de 15% de granito, sinterizadas a 1200 °C, apresentaram densificação eficaz, formação de fase vítrea controlada e baixa incidência de defeitos, características alinhadas às exigências para grupos de absorção de água mais baixa e maior resistência mecânica, como os grupos BIIa e BIIb da classificação normativa. A presença de fases cristalinas densificantes (como anortita, piroxênios e espinélios) e a redução de poros interconectados são aspectos essenciais para melhorar desempenho em abrasão e flexão, propriedades críticas para placas cerâmicas destinadas ao tráfego moderado ou intenso. Dessa forma, as composições estudadas demonstram potencial para aplicações industriais no setor de revestimentos, desde que submetidas a refinamentos adicionais de processo para garantir uniformidade microestrutural e repetitividade produtiva.

### 5.3 Trabalhos Futuros

Com base nos resultados obtidos e nas limitações identificadas ao longo do estudo, recomenda-se o desenvolvimento das seguintes linhas de investigação:

- Realização de análises térmicas completas (TGA, DTA e DSC): Aplicação das normas ISO 11358-1, ASTM E1131, ASTM E365, ASTM C24 e ISO 501 para caracterizar eventos térmicos fundamentais, como desidroxilação, decomposição de carbonatos, formação de fase líquida, temperatura de amolecimento e transição vítrea. Essas análises permitirão refinar o perfil de queima e prevenir falhas associadas à retenção de umidade e deformação piropiástica.
- Avaliação da influência da pressão de prensagem e da geometria do corpo de prova: Recomenda-se a produção de discos ou pastilhas circulares, que apresentam menor razão de aspecto e distribuição de tensões mais uniforme durante a conformação. Esse formato

permitirá investigar, de forma isolada, a influência da pressão sobre a densificação, geração de defeitos e resistência mecânica, além de contribuir para futuras propostas de padronização de corpos de prova.

- Estudo sistemático do limite máximo de adição de granito: A partir dos resultados observados, sugere-se investigar com maior precisão o intervalo crítico entre 15% e 25% de granito, visando determinar a transição entre comportamento benéfico e instabilidade microestrutural causada pelo excesso de fase líquida.
- Recomenda-se a realização de ensaios de absorção de água conforme a ABNT NBR 13818 e ISO 10545-3, a fim de quantificar a porosidade aberta e a eficiência da densificação após a sinterização. Esse teste permitiria avaliar a classificação das peças em grupos cerâmicos normativos (BI, BIIa, BIIb e BIII), além de correlacionar os teores de resíduos adicionados com a formação de fase vítrea, fechamento de poros e comportamento higroscópico das amostras. A determinação da absorção é fundamental para prever desempenho em aplicações como pisos e revestimentos, influenciando diretamente resistência mecânica, durabilidade, resistência ao gelo e estabilidade dimensional.
- Caracterização detalhada da fase vítrea: O uso de técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV), microanálise química (EDS/WDS) e RMN de estado sólido poderá esclarecer o papel da composição da fase líquida na densificação e deformação das amostras.
- Recomenda-se a aplicação de FRX, conforme ISO 29581-2, ASTM C114 e ASTM E1621, para obter a composição química completa das amostras e reduzir incertezas na identificação de fases pelo DRX. A técnica permitirá quantificar com maior precisão os óxidos majoritários, correlacionar a química com a formação de fases cristalinas e aperfeiçoar a interpretação do comportamento durante a sinterização. Além disso, a FRX contribuirá para avaliar a variabilidade composicional dos resíduos, aumentando a confiabilidade dos resultados.
- Avaliação do comportamento mecânico em outros modos de sollicitação: Ensaios de dureza, tenacidade à fratura e fluência em alta temperatura contribuirão para uma compreensão mais ampla do desempenho das cerâmicas produzidas, especialmente para aplicações industriais específicas.
- Proposição de uma norma brasileira para corpos de prova de cerâmicas estruturais: Com base nas inconsistências observadas na prática industrial, recomenda-se o desenvolvimento

de diretrizes que possam servir como referência para padronização nacional.

- Fator de comparação: com devidos dados, sobre geometria e resistência é possível pesquisar um método de criação para comparação entre as variações de corpo de prova existentes para melhor desenvolver as pesquisas e avançar as oportunidades de pesquisa.

Essas ações complementares permitirão ampliar significativamente o entendimento sobre o comportamento das formulações cerâmicas estudadas, promover maior confiabilidade dos resultados e contribuir para a adoção industrial de resíduos como matérias-primas de alto valor agregado.

## REFERÊNCIAS

- APHA, AWWA, WEF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. Washington, D.C.: American Public Health Association, 2017.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 13818: Placas cerâmicas para revestimento — Especificação e métodos de ensaio**. Rio de Janeiro: ABNT, 1997.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 10004: Resíduos sólidos – Classificação**. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM D1193: Standard Specification for Reagent Water**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2011.
- ASTM International. **ASTM C1161: Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2018.
- BARSOUM, M. W. **Fundamentals of Ceramics**. 2. ed. New York: Taylor & Francis, 2003.
- BRASIL. **Política Nacional de Resíduos Sólidos: Lei n.º 12.305, de 2 de agosto de 2010**. Brasília: Diário Oficial da União, 2010.
- BRASIL, I. A. **Relatório de Sustentabilidade 2018**. 2018. <<https://acobrasil.org.br>>. Acesso em: [coloque a data].
- CABRAL, A. E. B.; SCHALCH, V.; FILHO, R. G. B.; CINCOTTO, M. A. Sustentabilidade na utilização de resíduos na construção civil. **Ambiente Construído**, ANTAC, v. 10, n. 2, p. 41–56, 2010.
- CIENTÍFICOS, T. E. **TE-2762: Destilador de Água - Manual Técnico**. 2020. <<https://www.tecnal.com.br>>. Acesso em: [27/11/2025].
- DONDI, M.; MARSIGLI, M.; FABBRI, B. Industrial waste recycling in clay-based materials. **Applied Clay Science**, v. 12, p. 337–355, 1997.
- DONDI, M.; MARSIGLI, M.; FABBRI, B. Recycling of industrial wastes in brick production. **Tile Brick International**, v. 13, n. 6, p. 384–389, 1997.
- FERREIRA, H. S.; HOLANDA, J. N. F. Efeitos da umidade e da taxa de aquecimento no comportamento térmico de argilas cerâmicas. **Applied Clay Science**, Elsevier, v. 87, p. 190–198, 2014.
- FERREIRA, L.; SOUZA, R.; ALMEIDA, T. Estudo do efeito da taxa de aquecimento na integridade de peças cerâmicas vermelhas. In: **Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**. Brasil: CBECiMat, 2014.
- KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to Ceramics**. 2. ed. New York: Wiley-Interscience, 1976.
- LIMA, E. S. **Tratamento Químico da Poeira de Aciaria Elétrica e Utilização na Síntese de Ferrita de Zinco (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)**. Dissertação de Mestrado — Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2014.

- LIMA, E. S. **Nanopartículas de ferrita de zinco via modificação do método de coprecipitação: estudo do glicerol como direcionador estrutural e morfológico**. Tese (Tese de Doutorado) — Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2019.
- MACIEL, C. F. **Relatório de Pesquisa PIBIC: [Recuperação e utilização de rejeitos siderúrgicos para síntese de argila expandida]**. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2022. Relatório de Iniciação Científica.
- MOREIRA, J. M.; HOLANDA, J. N. F.; VALENZUELA-DÍAZ, F. R. Aproveitamento de resíduos industriais na cerâmica vermelha. *Cerâmica*, ABCERAM, v. 51, n. 317, p. 24–32, 2005.
- NASCIMENTO, M. S. **Relatório de Pesquisa PIBIC: [Incorporação de rejeitos siderúrgicos como matéria-prima na produção de cerâmicas em olarias]**. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2023. Relatório de Iniciação Científica.
- NORTON, F. H. **Fine Ceramics: Technology and Applications**. 2. ed. New York: McGraw-Hill, 1973.
- PANalytical B.V. **X’Pert HighScore Plus, Version 3.0e (3.0.5)**. 2012. Software. Produced by PANalytical B.V., Almelo, The Netherlands. Release date: 30-01-2012. Disponível em: <<https://www.malvernpanalytical.com/>>.
- RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and Sintering**. New York: Marcel Dekker, 2003.
- RIELLA, H. G.; KUHNEN, N. T.; ANGIOLETTO, E. **Materiais Cerâmicos**. Florianópolis: Editora da UFSC, 2002.
- ROSSIGNOLO, J. A. **Materiais de Construção: Sustentabilidade e Tecnologias**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2009.
- SANTOS, P. S. **Tecnologia de Argilas**. São Paulo: Edgard Blücher, 2002.
- SASAKI, J. M.; LOIOLA, A. R.; SILVA, D. L. da. **FABRICAÇÃO DE ZEÓLITA A E ZK-14 UTILIZANDO RESÍDUO DE REFRAATÁRIO COMO MATÉRIA-PRIMA**. 2024. País: Brasil. Natureza: Patente de Invenção. Número do registro: BR 10 2024 009306 2 Protocolo (870240039821) Data de depósito: 10/05/2024.
- SILVA, A. G. P.; OLIVEIRA, L. A.; SANTOS, P. S. Utilização de resíduos de granito e lama siderúrgica na fabricação de blocos cerâmicos. *Revista Cerâmica*, ABCeram, 2007.
- SILVA, J. A.; OLIVEIRA, L. A.; SANTOS, P. S. Influencia de resíduos industriais nas propriedades de cerâmicas vermelhas. *Cerâmica*, ABCeram, v. 53, n. 326, p. 123–130, 2007.