



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DO MARANHÃO COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

LAÉCIO GOMES GALDINO

Aproveitamento da Lama Vermelha, um Resíduo da Indústria de Alumínio, na Obtenção de Materiais Cerâmicos Estruturais por Extrusão

Orientador: prof. D.Sc. José Manuel Rivas Mercury Co-orientador: prof. D.Sc. Antônio Ernandes M. Paiva

> São Luís - MA 2008

Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DO MARANHÃO COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

LAÉCIO GOMES GALDINO

Aproveitamento da Lama Vermelha, um Resíduo da Indústria de Alumínio, na Obtenção de Materiais Cerâmicos Estruturais por Extrusão.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais – PPGEM, do Centro Federal de Educação Tecnológica do Maranhão – CEFET-MA, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais.

Galdino, Laécio Gomes

Aproveitamento da lama vermelha, um resíduo da indústria de alumínio, na obtenção de materiais cerâmicos estruturais por extrusão / Laécio Gomes Galdino. São Luís, MA, 2008.

119 p. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais -PPGEM, Centro Federal de Educação Tecnológica do Maranhão, 2008.

1. Eng. de Materiais.2. MateriaisCerâmicosEstruturais.3. Resíduo de Bauxita...I. Título.CDU - 666.3

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE

LAÉCIO GOMES GALDINO

APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS, DO CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DO MARANHÃO EM 27 DE FEVEREIRO DE 2008.

BANCA EXAMINADORA:

PROF. Dr. JOSÉ MANUEL RIVAS MERCURY ORIENTADOR CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DO MARANHÃO – (CEFET-MA)

PROF. Dr. FLÁVIO SALGADO POLITI MEMBRO CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGIACA DO MARANHÃO – (CEFET-MA)

PROF. Dr. ROBERTO DE FREITAS NEVES MEMBRO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ – (UFPA)

AGRADECIMENTOS

- Agradeço a todas as pessoas que trilharam comigo em algum momento durante as etapas de preparação, desenvolvimento ou conclusão do trabalho aqui apresentado;
- Em especial ao constante apoio e incentivo prestado por minha família: pai, mãe, filhos e irmãos;
- Ao professor Dr. José Manuel Rivas Mercury (meu orientador), pela atenção, ensinamentos técnicos concisos, além do respeito e admiração pela sua dedicação à vida acadêmica;
- Ao professor Dr. Antônio Ernandes M. Paiva (meu co-orientador), durante diversas etapas deste trabalho, sempre auxiliando e esclarecendo com prédisposição e paciência;
- A ALUMAR pela doação da lama vermelha;
- Ao Instituto de Cerâmica e Vidro ICV/ CSI Espanha;
- Ao professor Dr. Rômulo Simões Angélica Chefe dos Laboratórios de Raios-X (Difração e Fluorescência), Espectroscopia de Infravermelho e Análises Térmicas do Departamento de Geociências – UFPA;
- A FAPEMA pelo apoio financeiro mediante a bolsa de estudos concedida;
- Também, aos professores e amigos tanto do CEFET-MA como da UNED de Imperatriz, em especial aos professores do PPGEM pela contribuição prestada na disponibilização de seus tempos e compartilhamento de informações, todos de grande valia em diversos momentos, tanto para o progresso das atividades e serviços realizados, como para o engrandecimento pessoal;
- Por fim, a todos os que positivamente contribuíram com o sério trabalho que aqui está desenvolvido.

RESUMO

A indústria cerâmica tradicional consome elevadas quantidades de matérias primas (argilas) na produção de tijolos, blocos cerâmicos, telhas, manilhas e outros materiais. A indústria de construção civil é sem duvida uma das indústrias que mais utiliza resíduos industriais e urbanos, em virtude de possuir elevado volume de produção que possibilita o consumo de grandes quantidades de rejeitos; sendo assim uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos como a lama vermelha, visando a economia de matérias-primas, redução do consumo de energia e, por conseguinte, diminuição de custos e melhoria do meio ambiente.

Neste trabalho, estudou-se a influência de adições de Lama Vermelha (LV) em concentrações variando entre 5-75 % em peso, nas propriedades físicas e mecânicas dos materiais cerâmicos estruturais conformados por prensagem uniaxial e por extrusão de misturas de argilas caoliníticas e LV. Inicialmente, as matérias primas e as misturas de LV com argilas foram caracterizadas mediante o uso das seguintes técnicas: Análise Química por Absorção Atômica e por Via Úmida, Análise Termogravimétrica e Termo Diferencial (TG-DTA), Dilatometria Ótica, Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura com Análise por Energias Dispersivas de Raios-X, Superfície Especifica e Distribuição do Tamanho de Partículas por Laser. Em seguida, estudou-se o comportamento térmico da LV até 1350 °C, bem como, a evolução das fases cristalinas com a temperatura no intervalo de 750-1150 °C e as propriedades físico-mecânicas dos compactos obtidos por prensagem. As propriedades físicas, químicas, mineralógicas e mecânicas de duas argilas caoliníticas da região foram caracterizadas, no intervalo de temperatura de 850-1150 °C. Para isto, nas matérias primas, foram realizados os seguintes ensaios: Limite Plástico (LP), Limite de Liquidez (LL), Índice de Plasticidade (IP), Tensão de Ruptura a Flexão (TRF), Absorção de Água (AA), Retração Linear Após Queima (RLag) e Porosidade Aparente (PA). A seguir foram confeccionados corpos de prova por prensagem uniaxial e por extrusão de misturas contendo concentrações de LV variando entre 5-75 % em peso com argilas da região, e tratados termicamente no intervalo de temperatura de 750-1050 °C durante uma 1 h no patamar de queima para determinar as suas propriedades cerâmicas. Destas, seis composições foram

selecionadas em função da temperatura de queima para ensaios de lixiviação e solubilização de acordo com as normas NBR 10005 e 10006 da ABNT. Os resultados mostraram que os materiais obtidos apresentam boas propriedades para a produção de materiais cerâmicos estruturais superando as especificações das normas NBR 6113 e 6220 da ABNT. Por outro lado os ensaios de lixiviação e solubilidade apenas para componentes inorgânicos presentes no resíduo, seguindo as recomendações das normas NBR 10005 e NBR 10006 classificaram os materiais tratados às temperaturas de 750 e 850 °C como não inertes – classe II, requerendo maiores tempos de sinterização para imobilização dos metais pesados presentes na LV. Os materiais tratados termicamente a 1050 °C mostraram resultados que permitem a sua classificação como materiais inertes – classe III.

Palavras-chaves: Lama vermelha, massas cerâmicas, caracterização, extrusão.

ABSTRACT

The traditional ceramic industry consumes high amounts of raw materials (clay minerals) to produce bricks, ceramic blocks, roofing tiles and other materials. Due to its high production, the industry of civil construction uses great quantities of industrial and urban residues. Therefore, it becomes one of the main options for the recycling of solid residues (e.g. red mud) in order to reduce energy consumption, costs and to promote the improvement of the environment.

In this work, it was studied the influence of red mud (LV) additions with concentrations in the range 5-75 (% wt) on the physical and mechanical properties of the heavy clay materials conformed by uniaxial pressing and extrusion of caulinitic clay mixtures and LV. Initially, the raw materials were characterized by means of the use of the following techniques: Wet chemical analysis by Atomic Absorption, Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis (TG-DTA), Optical Dilatometry, X-ray Diffraction (DRX), Scanning Electron Microscopy with X-ray Dispersive Energy, B. E. T and Distribution of Size Particles by electronic Laser beam. After that the thermal behavior of the LV up to 1350 °C, the evolution of the crystalline phases with the temperature in the range of 750-1150 °C interval and the physical-mechanical properties of the compact bodies ones obtained by pressing were studied. The physical, chemical, mineralogic and mechanical properties of two caulinitic clays of the region were characterized between 850-1150 °C. The following experiments were used: Plasticity Limit, Liquid Limit, Plasticity Index, Water Absorption, Linear Shrinkage After Firing and Apparent Porosity. In the following, bodies test were prepared by uniaxial pressing and extrusion of mixtures containing concentrations of LV in the range of 5 to 75 (% wt) and clays of the region. Then, they were heat treated in the temperature range of 750 - 1050 °C during 1 h to determine its ceramic properties. Among these samples, six compositions were selected as a function of the firing temperature for leaching and solubilization experiments according to the Brazilian Standard NBR 10005 and ABNT 10006. The results showed that the obtained materials have good properties to produce heavy clay materials with superior properties to those specificied by Brazilian Standard NBR 6113 and ABNT 6220. On the other hand, the leaching and solubility experiments carried out only for inorganic components present in the residue, according to the recommendations of NBR 10005 and 10006, indicated that the materials heat treated at 750°C and 850°C are non inert (class II), and it required more time of sintering for immobilization of heavy metals present at LV. The materials heat treated at 1050 °C can be classified as inert materials – class III.

Keywords: Red mud, mixtures ceramic, characterization, extrusion.

LISTA DE FIGURAS

2.1 . (a) Curva Bigot e (b) Secagem no sistema argila + água
5.1. Distribuição de tamanho de partícula da Lama Vermelha51
5.2. Micrografia da Lama Vermelha obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura nos modos eletrosecundários e retroespalhados com ampliações a 5.000 e 10.000 X
5.3 . Difração de Raios X da Lama Vermelha53
5.4 . Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica da Lama Vermelha com taxa de aquecimento de 25 °C/min. a) TG-DTG até 1.000 °C. b) DTA até 1.235 °C54
5.5. Dilatometria Ótica da Lama Vermelha. a) Variação das dimensões em função da temperatura. b) Seqüência de fotografias em função da temperatura obtidas durante o aquecimento da amostra até 1350 °C
5.6 . Difratogramas de raios-X da LV obtidas nas seguintes temperaturas: 750, 850, 950, 1.050 e 1.150 °C59
5.7. Variação das propriedades cerâmicas da LV: a) MEA e AA em função da temperatura; b) TRF em três pontos e PA em função da temperatura. c) RL e PA em função da temperatura
5.8 . Análise Termogravimétrica e Termo Diferencial (TG-DTA) com taxa de aquecimento de 25 ºC/min das argilas: a) AM0; b) ASL066
5.9 . Difratogramas de raios-X das argilas AM0 e ASL067

5.15. Variação da TRF e da PA da mistura LVAMSL prensada, em função do teor de Lama Vermelha mediante queima à: a) 750 °C; b) 850 °C; c) 950; d) 1.050 °C......83

5.20. Micrografias obtidas por MEV nos modos eletrosecundários e retroespalhados do pó da mistura LVAMSL (1:1) com incorporação de 50 %-p de LV, extrudada tratada termicamente a: a) 750 °C/1 h – 2000X; b) 950 °C/1 h - 4000X......92

5.21. Difração de Raios da mistura LVAMSL (1:1) extrudada e tratada termicamente a 1050 °C/ 1 h: P = Plaglioclasio; Q = Quartzo; H = Hematita; CI = Clinopiroxenio...94

LISTA DE TABELAS

5.1 – Composição Química da Lama Vermelha (LV)	49
5.2 – Distribuição de tamanhos de partícula da LV	50
5.3 – Limites de Atterberg para a LV	61
5.4 – Composição Química das amostras de argila (% em peso)	63
5.5 – Distribuição de tamanhos de partícula das argilas AM0 e ASL0	65
5.6 – Limites de Atterberg para as argilas estudadas	68
5.7 – Limites de Atterberg das misturas (LV + AMSL) de extrusão	86
5.8 – Características cerâmicas das mistura LVAMSL após queima	90
5.9 – Microanálise por EDS das misturas LVAMSL com 50 % de LV prensadas	93
5.10 – Codificação das amostras LVAMSL para o ensaio de lixiviação e solubiliza	ação
	95
5.11 – Resultado do ensaio de lixiviação da mistura LVAMSL extrudada	95
5.12 – Resultado do ensaio de solubilização da mistura LVAMSL	96

LISTA DE SIGLAS

LV	– Lama vermelha
AM	– Argila de Mirinzal
ASL	– Argila de São Luis
LV0	– Lama vermelha pura
AM0	– Argila de Mirinzal sem mistura (pura)
ASL0	 Argila de São Luis sem mistura (pura)
LVAM	 Mistura de lama vermelha com argila de Mirinzal
LVSL	 Mistura de lama vermelha com argila de São Luis
LVAMSL	 Mistura de lama vermelha com argila de Mirinzal e argila de São Luis
cp's	– Corpos de prova
TG	– Gravimetria Térmica
DTG	 Diferencial Termogravimétrica
DTA	– Análise Térmica Diferencial
DRX	– Difração de Raios X
EDS	 – Espectrometria de Energia Dispersiva (Energy Dispersive Spectrometry)
Se	- Superfície específica
ABNT	 Associação Brasileira de Normas Técnicas
EDTA	 Ácido etilenodiamino tetra-acético (EthyleneDiamineTetrAcetic acid)
PF	– Perda ao fogo
ND	– Não determinado
RL	– Retração Linear
RLsec	 Retração Linear de Secagem
RLT	 Retração Linear Total de Queima
RLq	 Retração Linear de Queima
LP	- Limite de Plasticidade
IP	- Índice de Plasticidade
LL	 Limite de liquidez
TRF	 Tensão de Ruptura a Flexão
MEA	 Massa Específica Aparente
PA	- Porosidade Aparente
EPI's	 Equipamentos de proteção individual

LISTA DE SÍMBOLOS

- pH Potencial de hidrogênio
- D/H Relação entre o diâmetro da extrusora e da hélice
- h Hora
- mm Milímetro
- cm Centímetro
- ~ Aproximadamente
- % Porcentagem
- %-p Porcentagem em peso
- °C Grau Celsius
- mg Miligrama
- kg Kilograma
- g grama
- min Minuto
- W watt
- kV Kilovolts
- MPa Megapascal
- kN Kilonewton
- Pa Pascal

SUMÁRIO

RESUMOIN
ABSTRACT V
LISTA DE FIGURAS
LISTA DE TABELASx
LISTA DE SIGLAS XI
LISTA DE SÍMBOLOSXI
1 INTRODUÇÃO
2 REVISÃO DA LITERATURA27
2.1 Processo Bayer
2.2 Utilizações do Resíduo de Bauxita como Matéria Prima
2.2.1 Uso de resíduo de bauxita como matéria prima em cerâmica estrutural2
2.3 Extrusão de Pastas Cerâmicas
2.3.1 Parâmetros a controlar durante extrusão de materiais cerâmicos
2.3.1.1 Comportamento do material no interior da extrusora
2.3.1.2 Velocidade da hélice de extrusão ou parafuso sem fim
2.3.1.3 Redução do diâmetro de extrusão30
2.3.1.4 Câmara de vácuo
2.3.2 Parâmetros da massa que determinam o comportamento durante a extrusão 3 ⁻
2.3.2.1 Aderência

2.3.2.2 Coesão	31
2.3.2.3 Limite plástico	32
2.3.2.4 O limite líquido	32
2.3.2.5 Índice de plasticidade	33
2.3.2.6 Forma e tamanho das partículas	33
2.4 Secagem e a Curva de Bigot	34
2.5 Defeitos na Extrusão	36
2.5.1 Laminação	36
2.5.2 Trincas	37
3 OBJETIVOS	
3.1 Geral	38
3.2 Específicos	38
4 METODOLOGIA	39
4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos	39 39
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 	39 39 39
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 	39 39 40
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 	39 39 40 40
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições. 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira. 4.1.4 Análise química 	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 4.1.4 Análise química 4.1.5 Análises térmicas 4.1.6 Dilatometria ótica 	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 4.1.4 Análise química 4.1.5 Análises térmicas 4.1.6 Dilatometria ótica 4.1.7 Caracterização mineralógica 	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 4.1.4 Análise química 4.1.5 Análises térmicas 4.1.6 Dilatometria ótica 4.1.7 Caracterização mineralógica 4.1.8 Microscopia eletrônica de varredura 	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 4.1.4 Análise química 4.1.5 Análises térmicas 4.1.6 Dilatometria ótica 4.1.7 Caracterização mineralógica 4.1.8 Microscopia eletrônica de varredura 4.1.9 Determinação da perda ao fogo 	
 4 METODOLOGIA 4.1 Materiais e métodos 4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização 4.1.2 Formulação das composições 4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira 4.1.4 Análise química 4.1.5 Análises térmicas 4.1.6 Dilatometria ótica 4.1.7 Caracterização mineralógica 4.1.8 Microscopia eletrônica de varredura 4.1.9 Determinação da perda ao fogo 4.1.10 Determinação do comportamento plástico 	

4.1.12 Conformação dos corpos de prova44
4.1.13 Tratamentos térmicos44
4.1.14 Determinação das características cerâmicas45
4.1.14.1 Tensão de ruptura à flexão em três pontos (TRF)45
4.1.14.2 Absorção de água (AA)46
4.1.14.3 Retração linear (RL)46
4.1.14.4 Massa específica aparente após queima (MEA)47
4.1.14.5 Porosidade aparente (PA)47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 49
5.1 Caracterização das Matérias Primas
5.1.1 Caracterização da lama vermelha (LV)49
5.1.1.1 Evolução das fases com a temperatura57
5.1.1.2 Características cerâmicas do resíduo LV060
5.1.2 Caracterização das argilas (AM0 e ASL0)63
5.1.2.1 Análise química63
5.1.2.2 Distribuição granulométrica e resíduo em peneira # 325 mesh64
5.1.2.3 Comportamento térmico das argilas65
5.1.2.4 Caracterização mineral67
5.1.2.5 Características cerâmicas das argilas AM0 e ASL068
5.2 Comportamento Cerâmico de Misturas de LV + Argilas70
5.2.1 Características cerâmicas das misturas LV + Argila AM0 prensadas70
5.2.2 Características cerâmicas das misturas LV + Argila ASL0 prensadas76
5.2.3 Características cerâmicas das misturas LV – argila AM0 – argila ASL0 prensadas
5.2.4 Características cerâmicas das misturas LVAMSL extrudadas
5.3 Mineralogia e microestrutura das misturas LVAMSL extrudadas

5.2 Avaliação das amostras extrudadas LVAMSL por lixiviação e solub	ilização
	94
6 CONCLUSÕES	97
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	100
REFERÊNCIAS	101
APÊNDICES	

1 INTRODUÇÃO

O aumento na produção industrial, buscando em contrapartida suprir as necessidades cada vez mais aceleradas dos mercados consumidores, está diretamente associado à geração de resíduos indesejáveis ao meio ambiente. Tais resíduos podem ser do tipo sólido, líquido ou gasoso, e nem sempre se pode reutilizá-los integralmente dentro da própria empresa. Além disso, o transporte e condicionamento, antes de serem lançados ao meio ambiente, demandam custos elevados na maioria dos casos.

O acondicionamento de resíduos em aterros sanitários ou lagoas de estabilização, com ou sem tratamento prévio, tem sido utilizado durante alguns anos, apesar dos cuidados estabelecidos em normas técnicas e ambientais (NBR 12235/1999 e NBR 10004/2004), e da responsabilidade social e meio ambiental das empresas. Estes depósitos geram um impacto negativo no meio ambiente, sendo prejudiciais ao: ar, solo, rios, lagos, lençóis freáticos, bem como aos seres vivos presentes nos diversos ecossistemas.

Nos últimos anos, a necessidade de minimização dos resíduos industriais na fonte de geração, bem como a sua reciclagem através do desenvolvimento de novos produtos ou processos economicamente viáveis, tem despertado um grande interesse científico e tecnológico [1,2,3]. Isto se deve ao fato de que, o reaproveitamento dos resíduos industriais apresenta as seguintes vantagens:

 a) Economia de consumo das matérias primas e muitas vezes também, do custo energético na produção industrial;

 b) Melhoria do meio ambiente pela diminuição do volume crescente de resíduos sólidos que põem em risco a saúde pública;

c) Aumento dos lucros pelo uso de rejeitos como matéria prima.

Dentre os diversos tipos de resíduos industriais produzidos no mundo, temos os resultantes das atividades do setor primário, destacando-se aqui o da indústria de produção do alumínio.

No processo de produção do alumínio metálico, utiliza-se alumina como matéria prima precursora, a qual é obtida no processo desenvolvido por Karl Josef Bayer em 1888, que consiste da extração do alumínio presente no bauxito com soda caustica, para a obtenção de hidróxido de alumínio [Al(OH)₃ – gibbsita], que após

calcinação gera a alumina (Al₂O₃ – óxido de alumínio), utilizada no processo Hall-Heroult para a obtenção de alumínio metálico. A extração do Al(OH)₃ do bauxito gera uma grande quantidade de resíduos semi-sólidos comumente denominados de lama vermelha (LV) [4]. Estima-se atualmente em 70 milhões de toneladas/ano a produção mundial deste material, o que permite inferir que para cada tonelada de alumínio são geradas aproximadamente duas toneladas deste resíduo [4,5]. Este grande volume de resíduos é lavado e filtrado para recuperar parte do licor alcalino, e posteriormente, é colocado em lagoas de estabilização que ocupam grandes áreas.

Muitas tentativas de aproveitamento deste material têm sido efetuadas durante os últimos anos no mundo inteiro, porém a dificuldade de sua utilização reside nas grandes quantidades de LV produzida no processo e na variação do teor de sua composição, principalmente de Fe₂O₃, Al₂O₃, SiO₂, TiO₂, devido à procedência da bauxita de partida [5]. Esta situação requer, sem dúvida, o desenvolvimento de processos de fabricação que consumam elevadas quantidades deste material. No estado do Maranhão, a quantidade de LV atualmente produzida, baseado nos dados de produção de alumínio primário no ano de 2007 [6], pode ser estimada na ordem de aproximadamente 820 mil toneladas, tendendo a dobrar nos próximos anos com a ampliação da produção de alumína no Estado.

Devido ao grande volume de resíduos gerados no processo Bayer, a reutilização deste material torna-se inviável, quanto a ser consumido totalmente, requerendo deste modo, processos que o utilizem em grande escala. Neste sentido, a indústria cerâmica tradicional consome elevadas quantidades de matérias primas (argilas) na produção de tijolos, blocos cerâmicos, telhas, manilhas e outros materiais para a construção civil e, é sem dúvida uma das indústrias com grande potencial para incorporação e reaproveitamento deste resíduo em grande escala, diminuindo, assim o seu impacto no meio ambiente e podendo trazer benefícios como a redução de custos de processamento.

Deste modo, o estudo e a determinação dos diversos parâmetros e características do processamento por extrusão de misturas de argilas da região, com teores de LV variáveis, assim como das propriedades físico-químicas e físico-mecânicas dos materiais produzidos, é de fundamental importância para a utilização deste resíduo na fabricação de materiais cerâmicos estruturais em nível industrial,

além de gerar conhecimento científico na área de minimização e reciclagem de resíduos sólidos industriais no Estado.

Portanto, o presente trabalho tem como objetivo principal estudar os parâmetros de processamento para obter materiais cerâmicos estruturais por extrusão de misturas de argila e Lama Vermelha (LV) com concentrações superiores a 45 %, de modo a contribuir para a busca de soluções que venham a minimizar o impacto ambiental causado pela geração deste resíduo industrial e também da extração de argila, garantindo assim, um destino nobre para aplicação do resíduo e em altas proporções.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Processo Bayer

O bauxito utilizado na indústria do alumínio é a matéria prima do processo Bayer. Sua característica principal é apresentar sedimentos ricos em alumínio. Na natureza o bauxito pode estar composto por um ou vários dos hidróxidos de alumínio boemita. diásporo) e (gibbsita, е diversas impurezas como. caolinita (Al₂O₃·2SiO₂·2H₂O), geotita (FeO·OH), hematita (Fe₂O₃), quartzo (SiO₂), rutilo (TiO₂), etc.[7]. Segundo Sousa Santos [6], bauxita é o nome comumente aplicado à espécime mineralógica Al₂O₃·2H₂O, a qual nunca foi encontrada na natureza, e é produzida a partir da exploração do minério bauxito, disposto em locais denominados reservas naturais.

De uma maneira geral, as reservas brasileiras de bauxitos caracterizamse pela predominância do hidróxido de alumínio gibbsita. O estado do Pará é hoje o maior produtor deste minério, cuja composição média em Al_2O_3 pode variar entre 52,5 – 55,2%.

No processo Bayer o bauxito é tratado com solução cáustica de hidróxido de sódio (NaOH). Durante esta etapa denominada de digestão cáustica, o hidróxido de alumínio, pelo seu caráter anfótero [8], passa para a solução na forma de aluminato de sódio solúvel. As condições da reação de dissolução são influenciadas principalmente pela natureza do mineral de alumínio presente no bauxito, variando a velocidade de dissolução da seguinte maneira gibbsita > boehmita > diásporo. Para os bauxitos tropicais, predominantemente gibbsíticos, a digestão ocorre a temperaturas entre 135-150 °C, pressão de 12 atm, e o tempo necessário para digestão é em torno de 1 hora, no qual ocorre a seguinte reação[9]:

$$2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3 + 2 \cdot \text{NaOH} \rightarrow 2 \cdot \text{NaAlO}_2 + 4 \cdot \text{H}_2\text{O}$$
(2.1)

A soda cáustica, também reage com a sílica presente na caolinita para formar silicatos de sódio insolúveis que precipitam. Deve-se dar especial atenção aos teores de sílica presente na composição do bauxito já que o silicato de sódio pode contaminar a alumina. Para evitar estes problemas antes da digestão propriamente dita ocorre a dissolução da caolinita em condições moderadas mediante a seguinte reação:

$$AI_{2}O_{3} \cdot SiO_{2} \cdot 2 \cdot H_{2}O + 4 \cdot NaOH \rightarrow NaO \cdot 2SiO_{2}$$

$$(2.2)$$

Esta reação tem especial conseqüência no rendimento do processo, uma vez que consome uma quantidade apreciável de soda cáustica.

A etapa de separação da sílica do licor de aluminato de sódio é chamada de dessilicação e consiste na precipitação da zeolita sodalita de acordo com a reação:

$$2 \cdot \text{NaO} \cdot 2\text{SiO}_2 + 2 \cdot \text{NaAIO}_2 + 2 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Na}_2\text{O} \cdot \text{AI}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 4 \cdot \text{NaOH}$$
(2.3)

Durante a separação da sodalita (zeolita) [10,11] formada, outros componentes do bauxito como o óxido de ferro e titânio, e quartzo não reativo, precipitam formando a "lama vermelha" que é separada por decantação e filtração, sendo este processo denominado de clarificação.

A fase aquosa rica em aluminato de sódio obtida na filtração é semeada com cristais de gibbsita que promovem a nucleação e precipitação de cristais de Al(OH)₃ segundo a seguinte reação:

$$2 \cdot \text{NaAlO}_2 + 4 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \cdot \text{NaOH} + 2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow \qquad (2.4)$$

Os cristais produzidos na etapa de precipitação são separados e classificados. A fração fina do precipitado é reutilizada no processo como sementes para novas soluções, enquanto a fração grossa segue para as etapas de lavagem, filtragem e finalmente para a calcinação para formação de óxido de alumínio. A calcinação é realizada em fornos rotativos a temperaturas que variam de 900 a 1.200 °C. O resultado da calcinação é a alumina-alfa (coríndon) [12]:

$$2 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \cdot \text{H}_2\text{O}$$
(2.5)

Como resultado deste processo é obtido um subproduto, constituído por um resíduo semi-sólido alcalino com uma concentração média entre 400-600 g/l e um pH na faixa de 11,9 – 13,6, composto basicamente pelos insolúveis presentes na bauxita, sílica, óxidos de ferro, hidróxidos de ferro, titânio e alumínio e outras impurezas minoritárias [4]. Este resíduo, o qual é denominado de "Lama Vermelha (LV)", devido à alta alcalinidade que apresenta, pode ser classificado como Classe I – perigoso, de acordo com a norma NBR 10.004/2004, o que representa uma ameaça para o meio ambiente, uma vez que para cada 2,5 toneladas de bauxita processada são produzidas em média 1,2 ton. de LV.

A manipulação deste material pode trazer uma série de problemas ambientais como infiltrações, contaminação dos lençóis freáticos e estuários marinhos, devido a vazamento e às más condições de impermeabilização dos tanques e lagoas de estabilização. A "lama vermelha" contém óxidos de ferro, óxido de titânio, silicatos de sódio e silicatos de alumínio, substâncias que podem ser utilizadas como matérias primas para a obtenção de materiais cerâmicos. Em média a produção mundial deste resíduo atingiu, somente entre os anos se 1999 a 2000, a faixa de 66,1 a 70 milhões de toneladas anuais [4,5,13].

Em São Luis do Maranhão encontra-se localizada uma das principais plantas de refino para a obtenção de alumínio no Brasil, com uma capacidade anual de produção de 1,603 milhões de toneladas, tendo produzido no ano de 2007 aproximadamente 447,8 mil toneladas o que representa aproximadamente 27 % da produção nacional.

A partir destes dados de produção pode ser estimado o volume e/ou quantidade anualmente de LV produzida em São Luis do Maranhão, que pode atingir 820 mil toneladas/ano.

2.2 Utilizações do Resíduo de Bauxita como Matéria Prima

Um dos maiores problemas associados à utilização do resíduo da bauxita do processo Bayer reside na dificuldade de acesso a trabalhos científicos realizados com este material, uma vez que a maioria é propriedade de empresas privadas produtoras de alumínio.

Na literatura existem diversos estudos direcionados para o aproveitamento e aplicação da lama vermelha (LV) em diversos processos

industriais visando à minimização deste resíduo e sua utilização na produção de coprodutos, isto se deve aos elevados custos de manutenção das lagoas de estabilização utilizadas para o depósito dos grandes volumes deste resíduo gerado, e aos problemas ambientais que isto apresenta.

Uma abordagem das diversas aplicações deste resíduo foi realizada por *Thakur et al.*[14], o qual faz uma reutilização deste resíduo, na recuperação de metais como vanádio, e extensa revisão sobre o titânio de sua composição, bem como, a obtenção de ferro gusa em processos siderúrgicos modificados. Outros aspectos destacados neste trabalho são: a obtenção de absorventes, pigmentos e a recuperação dos álcalis deste resíduo.

Uma aplicação de especial interesse encontrada na literatura refere-se às aplicações da LV como matéria prima na fabricação de cimento portland [15], uma vez que as fases minerais presentes na sua composição como Fe₂O₃ e Al₂O₃ ao ser misturadas com sílica fume e cal conduzem à formação de fases hidráulicas e materiais cimentantes de especial interesse tecnológico. *Singh M. et al.*[16], prepararam cimentos utilizando mistura de LV com bauxita, gesso e cal, e LV com bauxita e cal. Estes autores constataram que os cimentos produzidos apresentavam a mesma resistência à compressão após 28 dias que o cimento portland comum, chegando atingir a concentração de LV um valor entre 30-35% em peso na composição do cimento.

Uma linha de pesquisa de grande interesse é a produção de materiais compósitos do tipo solo-cimento com a incorporação de lama vermelha na composição e ou a fabricação de materiais compostos de cimento e LV utilizando a química das reações pozolânicas. A fabricação destes materiais apresenta grandes vantagens entre as quais podem se destacar o uso de tecnologia simples para sua conformação, a utilização de matérias primas de baixo custo como o cimento e solo, e a ausência de queima para sua produção, o que representa uma economia da energia necessária para sinterização. Os trabalhos mais significativos do uso de LV na formulação destes materiais se devem a *Ikeda* [17], *Wagh et al.* [18], *Pinock et al.* [19], *Gordon et al.*[20], os quais estudaram a produção de materiais compósitos constituídos por misturas de LV e cimento portland usando silicatos de sódio (SiO₂/Na₂O entre 1–3) como agente aglomerante, concluindo que os materiais produzidos desta maneira apresentam resistência mecânica adequada para a produção de diferentes materiais de construção e que teores de até 4 % de silicato

de sódio, não afetam as propriedades mecânicas do material, apresentando teores de soda livre e pH na ordem dos apresentados por materiais fabricados com cimento portland.

Outra aplicação da lama vermelha é na agricultura como agente estabilizador ou corretivo de solos e na retenção de metais pesados [21,22,23].

Também foi demonstrado seu potencial de aplicação como matéria prima na produção de materiais vitrocerâmicos (nano-cristais), segundo estudos desenvolvidos recentemente por *Peng et al* [24], *Yang J. et al* [25] *e Erol et al* [26],*os quais* concluíram que os materiais vitrocerâmicos produzidos com LV apresentam excelentes propriedades mecânicas e que as impurezas presentes na sua composição servem de agentes nucleantes destes nanocristais.

2.2.1 Uso de resíduo de bauxita como matéria prima em cerâmica estrutural

Um dos segmentos industriais que apresenta maior potencial para a utilização de resíduos industriais é sem duvida a indústria cerâmica tradicional, devido ao elevado consumo de matérias-primas utilizadas na fabricação de seus diversos produtos, como: tijolos, telhas, manilhas, pisos extrudados, blocos de vedação e de alvenaria, entre outros. As características físico-químicas que são apresentadas pelas matérias-primas cerâmica tradicional é uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos, sendo uma das poucas indústrias que pode obter vantagens no seu processo produtivo com a incorporação de resíduos de bauxita, na preparação de massas cerâmicas. Estas vantagens estão associadas diretamente à economia de matérias-primas, redução no consumo de energia e, por conseguinte, redução de custos.

As massas utilizadas na indústria cerâmica tradicional apresentam composições amplas e heterogêneas, constituídas por materiais plásticos e não plásticos, o que permite a introdução de materiais com composições variáveis em diferentes porcentagens. Assim, a reutilização de resíduos provenientes de diferentes processos industriais, como é o caso do LV, tem sido objeto de pesquisa

para diversos pesquisadores ao redor do mundo, e podem atuar nas massas cerâmicas como: redutores de plasticidade, fundentes e combustíveis.

Uma revisão da literatura mostra uma grande variedade de estudos orientados à incorporação de diversos resíduos (óleo de petróleo, granito, lama de estações de tratamento de esgotos, resíduos de construção civil, etc.) nas massas cerâmicas para a fabricação de produtos de cerâmica tradicional [27,28,29,30]. Muitos destes estudos mostraram que na maioria dos casos as incorporações de determinados resíduos às massas cerâmicas, melhoram as propriedades físico-mecânicas dos materiais produzidos e, agregam valor ao resíduo, contribuindo para a melhoria do meio ambiente [31,32].

A reutilização da LV requer processos de grande escala devido ao elevado volume de resíduos gerados no processo Bayer, portanto a indústria de cerâmica tradicional apresenta-se atraente para a utilização da LV como matéria prima misturada com argilas para a produção destes materiais. A LV apresenta em sua composição elevados teores de fundentes (Na₂O, Fe₂O₃ e TiO₂) e poderia se esperar que estes atuem formando grande quantidade de fases líquidas a baixas temperaturas nos materiais produzidos, os quais apresentariam elevadas resistências mecânicas após sinterização, o que é atraente do ponto de vista do consumo de energia.

A literatura apresenta uma série de pesquisas realizadas com o intuito de utilizar a LV como aditivo em massas cerâmicas para a produção de materiais estruturais (*Heavy Clay Products*). Um dos trabalhos pioneiros realizados na Austrália se deve à Tauber et. al. [33], o qual incorporou teores crescentes de resíduo de bauxita a argilas para a produção de materiais estruturais, concluindo que os materiais obtidos apresentam melhores propriedades que os materiais sem lama em sua composição.

Estudos realizados na Jamaica por Puskas [34], em planta piloto e em escala de produção, mostraram a viabilidade econômica da utilização LV na fabricação de materiais cerâmicos estruturais. Estes estudos revelaram que é possível adicionar concentrações superiores a 50% em peso deste resíduo a argilas e fabricar materiais com excelentes propriedades.

Um trabalho posterior, realizado também na Jamaica por Knight et. al. [35] para o estudo das propriedades mecânicas de materiais cerâmicos tratados termicamente a temperaturas entre 1.000-1.100 °C, produzidos com misturas de argila e resíduos de bauxita, mostraram nos resultados, que é possível obter materiais com excelentes propriedades mecânicas a temperaturas relativamente baixas, sendo este um fator importante na diminuição dos custos de produção.

Outro estudo de grande relevância nesta linha de fabricação de matérias estruturais de cerâmica vermelha se deve a Moya et. al. [36] os quais estudaram as características cerâmicas de materiais obtidos com misturas de lama vermelha (concentrações entre 40-80% em peso) com argilas na fabricação de materiais extrudados e prensados como pisos gresificados, placas e blocos cerâmicos. Os ensaios preliminares realizados em instalações industriais mostraram a viabilidade do uso do resíduo para fabricação de materiais cerâmicos, entretanto as misturas de chamota, lama vermelha e argila apresentaram menos problemas quando conformados por prensagem do que por extrusão [37].

Uma outra pesquisa foi realizada por Rodriguez et al. [38] sobre a obtenção industrial de materiais cerâmicos a partir de lama vermelha misturada com argila para a fabricação de vários produtos como: tijolos para acumuladores de calor, agregados para pavimentação de estradas, blocos extrudados e placas prensadas. Os resultados obtidos levaram à implantação de uma planta piloto para a investigação de desenvolvimento de materiais a partir de lama vermelha.

Recentemente Sglavo et al, na primeira parte da sua pesquisa [39], estudou o comportamento térmico e as fases minerais que se formam na lama vermelha pura durante o seu aquecimento a diferentes temperaturas no intervalo de 120-1.400 °C, usando varias técnicas como DRX, Análise Térmico acoplado a um Espectrômetro de Massas (EM) com cromatografia gasosa. Neste estudo foi observado que durante o aquecimento até os 900 °C, a lama vermelha perde apenas água presente nos hidróxidos e CO2 dos carbonatos presentes na sua composição, comportamento observado também por Rodriguez et. al. [38]. Entre 900-1.100 °C, estes autores observaram que as fases CaO e Na2O são responsáveis pela formação das fases Ca₃Al₂O₆ e Nefelina (NaAlSiO₄) responsáveis pela formação de fases líquidas a altas temperaturas, conferindo às peças elevada resistência mecânica. Em temperaturas superiores a 1.100°C ocorre a redução do Fe³⁺ para Fe²⁺ com a liberação de oxigênio que é responsável pela formação de fases Fe₂TiO₄. O estudo conclui que a LV pela sua cor e pequeno tamanho de partícula é uma fonte excelente de inerte para a fabricação de materiais cerâmicos tradicionais os quais possuem uma temperatura de queima menor que 1.000 °C. A maiores temperaturas a LV se apresenta como uma fonte de fundentes de silicatos de sódio que baixam o ponto de fusão e promovem a formação de fases líquidas para a sinterização das peças, diminuindo a porosidade e elevando a resistência mecânica. Num segundo estudo Sglavo et. al. [40] estudaram misturas de LV e argilas caoliníticas para a produção de materiais cerâmicos por prensagem uniaxial e colagem por barbotina. Foram usadas duas argilas empregadas comumente na produção de tijolos por extrusão. Os ensaios de queima destas misturas em proporções até de 50% em peso a 850, 950 e 1050 °C, mostraram que o aumento da concentração de LV, aumenta a resistência à flexão e a densidade dos materiais produzidos, devido ao aumento da quantidade de fase líquida com o aumento da concentração. Este estudo também põe em evidência a possibilidade de utilização da LV como matéria prima cerâmica em misturas com argilas caoliníticas para a produção de materiais cerâmicos tradicionais. Finalmente vale a pena mencionar os trabalhos recentes de Taner [41] e de Pontikes et. al. [42], os quais também mostram a viabilidade do uso de LV para a fabricação de materiais cerâmicos estruturais.

2.3 Extrusão de Pastas Cerâmicas

Extrusão é o nome dado ao processo de conformação de diferentes materiais (alimentos, polímeros, pós metálicos, pastas de argilas plásticas, mistura de óxidos, combinados com agentes plastificantes, etc.), a qual consiste em fazer passar (por ação de uma força) uma coluna de material em estado plástico através de uma matriz que forma uma peça de sessão constante.

Este processo é usado há mais de 150 anos para a fabricação de diferentes peças cerâmicas [43], devido a sua produção contínua (em sistemas de extrusão com hélices propulsoras), alta produtividade, uso de pouca mão-de-obra, bom acabamento das peças com alta reprodutividade da geometria das peças o que facilita a secagem em comparação com outros processos de conformação por via úmida. Todas estas características fazem deste processo de conformação o mais usado na indústria cerâmica tradicional.

A operação de extrusão é realizada, em um equipamento denominado de extrusora, a qual é classificada de acordo com o modo como é gerada a pressão de extrusão ou de propulsão da pasta através da boquilha, podendo ser de dois tipos:

- Extrusora de pistão;
- Extrusora de hélices propulsoras (parafuso sem fim).

A extrusora de pistão é constituída por um cilindro, um pistão e um molde (boquilha), podendo além do mais possuir sistemas de controle automático para regulagem da pressão e/ou do fluxo. Este tipo de extrusora opera em batelada sendo recomendada para laboratórios e produção de peças especiais em unidades de baixa produção.

Por outro lado a extrusora de hélice é recomendada para elevadas produções. As extrusoras modernas acoplam vários outros equipamentos que têm funções importantes no processo de produção dos materiais cerâmicos à base de argila, estes equipamentos são: misturadores, laminadores, umidificadores e desaeradores (Sistema de vácuo).

2.3.1 Parâmetros a controlar durante extrusão de materiais cerâmicos

Uma condição necessária para se alcançar bons resultados na extrusão de produtos cerâmicos é ter uma massa para extrusão que apresente as menores variações de: composição, grau de moagem e, teor de umidade [44].

2.3.1.1 Comportamento do material no interior da extrusora

O comportamento do fluxo do material no interior da extrusora é um parâmetro de extrema importância para a extrusão de materiais cerâmicos livres de defeitos. Neste sentido, é necessário diminuir ao mínimo os comportamentos tixotrópicos, dilatantes e a tensão de escoamento (yield stress) da massa plástica, nos aproximando o máximo possível do comportamento de um fluido newtoniano.

2.3.1.2 Velocidade da hélice de extrusão ou parafuso sem fim

No caso das extrusoras de hélice, quando o material é colocado no interior da mesma, a velocidade da hélice influi na qualidade do produto e na produtividade da unidade de extrusão. Goodson et. al [44] mostraram que a velocidade de extrusão depende tanto, da velocidade de rotação da hélice, como da umidade presente na massa, concluindo que para uma umidade definida existe uma velocidade ótima de rotação. Assim, velocidades de rotações muito baixas provocam o giro da massa junto com o parafuso sem fim, sem a massa ser extrudada, o que pode provocar um aumento elevado da temperatura da massa.

2.3.1.3 Redução do diâmetro de extrusão

Outro parâmetro que deve ser levado em conta é a redução do diâmetro da sessão de extrusão, uma vez que a massa durante a operação de extrusão deverá passar da câmara do parafuso sem fim, para a sessão da boquilha de extrusão. Nesta passagem, a coluna de material extrudado sofre uma redução de diâmetro considerável no qual as forças de coesão aumentarão.

2.3.1.4 Câmara de vácuo

A aplicação de vácuo durante a extrusão aumenta de maneira significativa a qualidade dos produtos obtidos, por exemplo: a resistência à verde, diminuição da porosidade após queima, diminuição da absorção de água, etc. 2.3.2 Parâmetros da massa que determinam o comportamento durante a extrusão

2.3.2.1 Aderência

A aderência da massa contra as paredes metálicas da extrusora é muito importante, uma vez que se não há aderência, a massa não é extrudada. O atrito entre as paredes da extrusora e a coluna de material extrudado gera uma série de esforços de extensão entre a superfície e o centro da coluna de extrusão que provocam a formação de defeitos como: laminação e trincas na superfície. Estes problemas podem ser diminuídos pelo aumento da água de amassado na composição, substituição de partículas angulosas por partículas esféricas e a adição de lubrificantes. As melhores condições de extrusão se conseguem quando o atrito que se opõe à rotação da massa é alto e as outras forças são mínimas.

2.3.2.2 Coesão

Este parâmetro da massa é muito importante: se as forças de coesão da massa são menores que as forças de atrito com as paredes metálicas, o material apresentará defeitos como trincas de superfícies. Uma alta coesão permite uma alta resistência à torção no parafuso sem fim, mas dificulta o movimento da pasta na boquilha. Portanto, para aumentar a coesão devemos: aumentar a quantidade de partículas coloidais (tipo argila), diminuir a proporção de água, adicionar plastificantes orgânicos, aumentar a proporção de defloculante durante a preparação da massa. Para diminuir a coesão é mais eficiente diminuir o diâmetro das partículas desengraxantes.

2.3.2.3 Limite plástico

Define-se como limite de plasticidade (LP) a quantidade de água mínima que uma argila ou massa cerâmica deve conter para serem conformadas. As argilas que não apresentam conformação com estes teores de água são consideradas nãoplásticas.

Este limite caracteriza a deformação máxima que uma massa suporta antes de se romper. Muitos defeitos de laminação são ocasionados por causa de valores não adequados do limite plástico. Valores baixos do limite plástico provocam defeitos na superfície (devido ao atrito muito alto entre a massa e as paredes metálicas da extrusora), por outro lado, valores altos provocam muitos problemas de laminação (devido à rotação do parafuso sem fim) e de secagem das pecas.

As massas para extrusão apresentam um comportamento intermediário entre líquido e sólido. Para se determinar este comportamento é necessário se determinar o valor da tensão de escoamento, assim podemos afirmar que um fluido que apresenta uma tensão de escoamento inferior ou igual a 100 Pa é considerado como uma pasta fluida ou barbotina (Reed), enquanto que massas que apresentam valores da tensão de escoamento entre 100 e 10000 Pa podem ser considerados massas para extrusão. O limite plástico pode ser determinado experimentalmente e os seus procedimentos estão definidos na norma NBR 7180 [45].

2.3.2.4 O limite líquido

O limite de liquidez (LL) corresponde à máxima quantidade de água que uma argila ou massa cerâmica podem conter para ainda serem moldáveis. O limite de liquidez pode ser determinado experimentalmente e os seus procedimentos estão definidos na norma NBR 6459 [46].

2.3.2.5 Índice de plasticidade

O índice de plasticidade (IP) representa a diferença entre o limite de liquidez e o limite de plasticidade. É a quantidade de água que ainda pode ser adicionada a partir do limite de plasticidade, sem alterar o estado plástico da argila ou massa cerâmica. O índice de plasticidade considerado mínimo é de 10%. Abaixo deste valor torna-se muito perigosa a etapa de conformação, já que há um grande risco de mudança no comportamento plástico com pequena alteração na quantidade de água utilizada. Massas cerâmicas que apresentam índice de plasticidade (IP) superior a 10% necessitam de uma maior quantidade de água para ser extrudadas, o que aumenta o risco de defeitos e tempo mais prolongado na etapa de secagem, aumentando o gasto energético e diminuindo a produtividade.

Os parâmetros definidos anteriormente são conhecidos como Limites de Atterberg (limite de liquidez, limite plástico e índice de plasticidade), e são determinados no ensaio de Casagrande, segundo as normas NBR 6459 e NBR 7180 da ABNT.

2.3.2.6 Forma e tamanho das partículas

As partículas dos argilo-minerais, de forma lamelar, sofrem orientação preferencial durante o processo de conformação por extrusão. Após estas partículas recuperarem a sua orientação inicial são gerados defeitos chamados de laminação os quais se manifestam na direção perpendicular ao eixo de extrusão. Este efeito pode ser reduzido pela introdução de partículas de pequeno tamanho ou aumentando a proporção de partículas esféricas.
2.4 Secagem e a Curva de Bigot

A secagem é uma etapa crítica no processo de produção dos materiais cerâmicos tradicionais, já que nesta etapa podem surgir defeitos nas peças devido ao aparecimento de tensões, os quais são detectados após a etapa de queima.

O objetivo da etapa de secagem no processamento cerâmico é a remoção da água utilizada para conformação das peças cerâmicas. Esta água de conformação se distribui de duas maneiras diferentes no interior das peças e é conhecida na literatura como: a) água intersticial e b) água livre ou de plasticidade.

O primeiro tipo, água intersticial, está relacionado à água que se localiza entre os poros das partículas, enquanto que, a água livre ou de plasticidade referese à água presente no espaço entre as partículas, e é responsável pela plasticidade e pela trabalhabilidade do sistema argila + água, bem como, pela retração das peças. O conhecimento da evolução da retração em função da perda de umidade do material cerâmico durante a secagem é de extrema importância no processamento de materiais cerâmicos tradicionais, e costuma ser representada num gráfico conhecido como curva de Bigot o qual é uma representação da percentagem de água de conformação em função da percentagem de retração de secagem. A Figura 1(a) mostra uma curva típica de Bigot, enquanto na Figura 1(b) mostra esquematicamente a secagem do sistema argila + água. Nesta figura o ponto A, representa a umidade que as peças possuem no início do processo de secagem (ponto E) e, corresponde a I na Figura 1(b). O segmento E-D, corresponde à primeira fase da secagem onde o material contrai devido à eliminação da água de plasticidade (linha A-B Figura 1(a) e II na Figura 1(b)), enquanto que a linha B-C, está associada à etapa de remoção da água intersticial (linha B-C Figura 1(a) e III na Figura 1(b)).



Figura 2.1. (a) Curva Bigot e (b) Secagem no sistema argila + água [47].

2.5 Defeitos na Extrusão

Durante a extrusão a massa cerâmica é submetida a tensões e esforços elevados que dependem de vários fatores e parâmetros já descritos nos parágrafos anteriores, porém falhas no processamento podem levar a formação de defeitos, os quais afetam as propriedades físico-mecânicas e seu desempenho nas diferentes aplicações.

2.5.1 Laminação

A laminação é um dos defeitos mais comuns no processamento cerâmico. Ocorre devido à realização de operações incorretas durante a mistura da massa ou extrusão. A presença de laminações diminui a resistência mecânica das peças. Os principais fatores que influenciam a aparição de laminações são:

a) Presença de elevada percentagem de partículas finas

O excesso de partículas finas com tamanho inferior a 40 µm facilita a presença de laminações. Deve-se ter em conta que, quanto maior a superfície específica, maior a quantidade de água necessária para extrusão.

b) Umidade inadequada da massa

Quantidade de umidade inadequada na massa facilita a formação de laminações, portanto é necessário determinar experimentalmente a quantidade de água para extrusão.

c) Reduzida exposição das argilas ao sazonamento

A estocagem de argilas em pilhas e sua exposição às intempéries favorecem a ocorrência de processos físicos, químicos e biológicos fundamentais para o aumento da plasticidade das matérias-primas. Este aumento na plasticidade implica principalmente em uma boa trabalhabilidade das argilas nas etapas posteriores do processamento cerâmico como a extrusão. Além disso, a estocagem em pilhas durante determinados períodos de tempo promove uma maior homogeneização das argilas.

d) Defeito na extrusora

As relações geométricas existentes entre o diâmetro da extrusora e a hélice (D/H) são parâmetros de projeto que têm um papel importante no resultado e desempenho da extrusora. Num projeto adequado esta relação deverá estar entre $2.2 \le D/H \le 2.6$, uma vez que quanto menor seja esta relação maior será a tendência á formação de laminações.

2.5.2 Trincas

Estes defeitos de superfície, freqüentes nos materiais cerâmicos tradicionais se devem a diferença de contração de secagem ou por relaxamento de tensões (efeito de memória das pastas ou *"springback"*) entre duas zonas vizinhas do produto sendo mais comuns:

- a) Trincas por inclusão de partícula dura na pasta;
- b) Trincas geradas por oclusão de ar;
- c) Trincas de secagem;
- d) Trincas de aquecimento;
- e) Trincas de queima;
- f) Trincas de resfriamiento.

Como nos casos anteriores estes defeitos se manifestam após a queima, sendo importante após cada etapa identificá-los para sua posterior interpretação e correção.

3 OBJETIVOS

3.1 Geral

 Estudar a influência da incorporação de teores variáveis de "lama vermelha" a uma mistura de argilas, visando sua utilização na produção de materiais cerâmicos estruturais por extrusão.

3.2 Específicos

- Caracterizar a lama vermelha a verde e determinar o seu comportamento térmico em função da temperatura;
- Caracterizar argilominerais utilizados na produção cerâmica no Maranhão e determinar propriedades físico-mecânicas;
- Determinar as temperaturas ótimas de tratamento térmico em função da quantidade de resíduo incorporado;
- Determinar as composições mais adequadas para as misturas de argila e resíduo LV que garantam boas propriedades, físico-mecânicas nos materiais estudados;
- Comparar os resultados obtidos com os existentes na literatura e com as normas da ABNT para materiais estruturais.

4 METODOLOGIA

4.1 Materiais e métodos

Os materiais utilizados neste trabalho foram argilominerais usualmente empregados na fabricação de materiais cerâmicos estruturais nos municípios de Mirinzal e São Luis. Com o intuito de facilitar as suas correlações e citações no trabalho foram denominadas de AM – (Argila de Mirinzal) e ASL – (Argila de São Luis).

A Lama Vermelha (Resíduo de Bauxita) proveniente da indústria de alumínio primário de São Luis do Maranhão foi recebida no laboratório em tambores de polietileno de 250 kg, com pH de 12,9 e a partir daqui será referenciada de LV (Lama Vermelha).

4.1.1 Preparação da matéria-prima para caracterização

Os argilominerais foram recebidos no laboratório em sacos de polietileno, pesando aproximadamente 250 kg. Após secagem em estufa com circulação de ar forçado a uma temperatura de 70°C, durante 24 h, o material foi moído em moinho de disco, desaglomerado em peneira de 80 mesh (65 µm) e guardado no laboratório em recipientes fechados de polietileno. Uma quantidade deste material (50 kg) foi tratada de acordo com descrito na literatura por Pérsio de Souza Santos [7], para retirada de resíduos orgânicos e pequenas quantidades de impurezas presente nas argilas. Após lavagem foram retiradas alíquotas de 5 kg, as quais foram identificadas como AMO e ASLO, caracterizando a não adição de LV, sendo usados para os ensaios de caracterização das argilas puras.

A lama vermelha foi manipulada com os equipamentos de proteção individuais necessários (EPI's), sendo separada uma amostra inicial para determinação do seu ph. Em virtude da mistura aquosa na qual o resíduo encontrava-se disperso, o mesmo foi posto em repouso para precipitação da fase sólida. Em seguida foi procedida a drenagem da parte líquida e armazenagem em tambor de polietileno. A pasta com resíduos sólidos foi posta para secar ao ar livre até eliminação da umidade total, com auxílio de um pedestal com luminária incandescente. Após secagem o resíduo foi desaglomerado em peneira de 80 mesh (65 μm), quarteado e guardado no laboratório em recipientes fechados de polietileno. Deste material foram retirados 5 kg para ensaios de caracterização, recebendo a denominação LV0, por não ter sido adicionada nenhuma outra substância a sua composição.

4.1.2 Formulação das composições

As matérias-primas foram estudadas primeiramente *"in natura"*, ou seja, para se determinar suas características de partida recebendo assim as seguintes denominações: LV0, AM0 e ASL0.

No processamento de resíduo com as argilas foram estudadas as misturas: LV + AM0, LV + ASL0 e LV + AM + ASL com concentrações de LV entre 5–75 % em peso (%-p). Estas misturas foram homogeneizadas em moinho de bolas de laboratório com umidade de 8 %-p durante 1 hora. As misturas foram peneiradas na peneira 80 mesh e guardadas em sacos plásticos herméticos, para posterior prensagem uniaxial e tratamento térmico.

As composições formuladas para extrusão foram escolhidas, levando-se em conta os melhores resultados obtidos para as características cerâmicas e propriedades físico-mecânicas das misturas conformadas por prensagem.

4.1.3 Determinação da granulometria e do resíduo em peneira

Uma quantidade de 250 g de LV0 seca foi lavada sucessivamente e filtrada com água destilada até atingir um pH ~ 7. A suspensão obtida a pH constante, foi peneirada através das peneiras 100, 200, 325, 400 mesh. Após secagem a temperatura ambiente durante 72 h, foi determinada a massa de material retida em cada peneira.

Para a determinação do tamanho médio e da distribuição do tamanho de partícula e/ou aglomerados tanto das argilas (AMO e ASLO) quanto para a LVO abaixo da peneira 400 mesh (0,037 mm), foi utilizado um analisador de pulso laser da Malvern, modelo Mastersizer, com fonte de luz polarizada, composta de um polarizador e uma lâmpada de tungstênio-halogênio.

4.1.4 Análise química

A composição química da argila foi determinada por diferentes métodos descritos a seguir: SiO₂ e a Perda ao Fogo (PF), por gravimetria; AI_2O_3 por complexometria (EDTA); Fe_{total}, TiO₂ por calorimetria; e CaO, MgO, Na₂O e K₂O, foram analisados por espectrometria de absorção atômica.

4.1.5 Análises térmicas

Os comportamentos térmicos das argilas AMO, ASLO e da LVO, foram determinados em um equipamento modelo PL Thermal Sciences, com analisador térmico simultâneo STA 1.000/150, da Stanton Redcroft Ltda., com forno cilíndrico vertical e conversor digital acoplado a um microcomputador, que permite análises térmicas conjugadas (TG-DTG-DTA). Na análise foi utilizado um cadinho de alumina como referência, o qual foi aquecido a uma taxa de aquecimento de 25 °C/min no intervalo 35-1.350 °C, com peso da amostra de 10 mg para cada amostra. Os registros foram normalizados para 10 mg, com correção da linha de base mediante software Termoplot.

4.1.6 Dilatometria ótica

No estudo das mudanças dimensionais que ocorreram na LV0 em função da temperatura foi utilizado um dilatômetro ótico (microscópio de aquecimento) modelo EM201 da Hesse Instrument (Osterode am Harz – Alemanha). Foram confeccionados corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro os quais foram tratados termicamente até 1440 °C com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

4.1.7 Caracterização mineralógica

Para a identificação das fases minerais por difração de raios-X (DRX) (Método do Pó), das matérias primas (LV0, AM0 e ASL0), foi utilizado um difratômetro de raios-x modelo X´PERT PRO (PW 3040/60), da PANalytical, com Goniômetro PW3050/60 (Theta/Theta) com tubo de raios-x cerâmico de anodo de Cu (CuK $\alpha_1 = 1,5406$ Å), modelo PW3373/00, foco fino longo, 2.200 W, 60 kV. O detector utilizado é do tipo RTMS, X'Celerator. Os registros foram realizados no intervalo de 5 a 70° (2 Θ) com varredura contínua, passo de 0,02 (2 Θ), corrente 40 mA e voltagem de 40 kV, tempo de contagem de 5 s, e tratados de modo digital com o software X´Pert HighScore versão 2.1b, também da PANalytical. A identificação das fases foi realizada buscando-se no banco de dados do PDF-ICDD (*Powder Diffraction File – International Center for Diffraction Data*).

4.1.8 Microscopia eletrônica de varredura

Na caracterização microestrutural da LV0 foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com uma profundidade de campo de 500 Å, da Zeiss modelo DSM-950, com microssonda para microanálise por dispersão de energia de raios–X (EDS TRACOR NORTHEM ZX – II). O material particulado foi disperso em meio aquoso na presença de defloculante e ajuda de ultra-som durante 3 min. Logo após, foi depositado em suporte adequado, seco e recoberto em ouro (< 100 Å) em um equipamento EMSCOPE.

Para o estudo da microestrutura dos materiais sinterizados, foram escolhidas amostras das mistura LVAMSL com 50%-p de LV, tratadas termicamente a 750, 950 E 1050 °C durante 1 hora de patamar em atmosfera oxidante. Para a amostra LVAMSL tratada termicamente a 950 °C/ 1 h, foi analisada a superfície de

fratura. Já para as misturas tratadas termicamente a 750 e 1050 °C/ 1h os materiais foram moídos em almofariz de ágata, os pós resultantes foram peneirados numa peneira de # 200 mesh, e preparados da mesma maneira que os pós de LV0.

4.1.9 Determinação da perda ao fogo

A determinação da perda ao fogo dos materiais utilizados, foi realizada em um cadinho de alumina aquecendo 2 g de amostra a uma velocidade de 5 °C/min até 1.100 ± 5 °C durante uma hora, em um forno mufla com resistências elétricas da Nabertherm (GmbH - Alemanha).

4.1.10 Determinação do comportamento plástico

Os comportamentos plásticos da LV0, das argilas AM0 e ASL0, assim como das misturas selecionadas para extrusão, foram avaliados mediante a determinação dos índices de Atterberg: Limite Plástico (LP), Limite de Liquidez (LL) e Índice de Plasticidade (IP), de acordo com as normas NBR-7180/84 (Solo - Determinação do limite de plasticidade) [45], e NBR-6459 (Solo - Determinação do limite de plasticidade) [45], e NBR-6459 (Solo - Determinação do limite de liquidez) da ABNT [46].

4.1.11 Superfície específica

A superfície específica (Se) foi determinada por absorção/desorção de N₂ líquido à superfície dos sólidos de acordo com a teoria de B.E.T. (Brunauer, Emmet e Teller), num equipamento Monosorb Surface Area Analyzer, modelo MS-13, da Quantachrome Corporation.

4.1.12 Conformação dos corpos de prova

Para avaliação da evolução de fases por DRX, foram compactados uniaxialmente a 20 MPa pequenos corpos cilíndricos de dimensões 0,5 x 0,5 cm os quais foram tratados termicamente de 750 a 1.150 °C. Estes compactos foram moídos em almofariz de ágata e os pós analisados por DRX.

Na avaliação das propriedades cerâmicas, foram conformados corpos de prova retangulares com dimensões de 8 x 2,0 cm, por prensagem uniaxial a uma pressão de compactação de 20 MPa. Foram utilizadas 20 g das matérias-primas (LV0, AM0, ASL0, LV + AM, LV + ASL e LV + AM + ASL) com um teor de umidade de 8 %-p. Durante o preenchimento do molde o pó foi distribuído uniformemente evitando o seu contato com as paredes da matriz. Após prensagem, os corpos de prova foram extraídos, medidos, pesados e secos a 110 °C em estufa com circulação de ar forçado durante 24 horas.

A partir dos resultados das características cerâmicas e propriedades físico-mecânicas dos materiais prensados, foram selecionadas e preparadas as massas para extrusão. Para isto, foi utilizada uma misturadora elétrica (argamasseira) para homogeneizar 25 Kg de massa para cada composição a ser extrudada. Após 24 h de repouso efetuou-se a conformação dos corpos de prova pelo processo de extrusão, utilizando-se uma extrusora de hélices propulsoras (parafuso sem fim) de laboratório, marca Verdés, a qual está configurada por: câmara homogeneizadora, grelhas para distribuição e pré-homogeneização, câmara de vácuo com manômetro, câmara de extrusão, boquilha de saída retangular (3 x 2 cm) e plataforma de roletes com cortador de massa. Atingido o ponto de extrusão, foram cortados cp's com uma dimensão de 12 cm de comprimento, os quais foram medidos e postos para secar em estufa com circulação forçada de ar a 110 °C durante 24 h.

4.1.13 Tratamentos térmicos

Os compactos obtidos na etapa de conformação por prensagem foram tratados termicamente em atmosfera oxidante a uma velocidade de aquecimento de

5 °C/min e 1 hora no patamar de queima em grupos de 8 unidades para a LV0, em um forno elétrico (Nabertherm GmbH - Alemanha) de resistências elétricas nas seguintes temperaturas: 750, 850, 950, 1.050 e 1.150 °C. Já as argilas puras (AM0 e ASL0) foram tratadas termicamente a temperaturas de 850, 950, 1.050 e 1.150 °C a uma velocidade de 5 °C/min e 3 horas de patamar de queima em grupos de 8 unidades. As misturas prensadas (LV + AM0, LV + ASL0 e LV + AM + ASL), por outro lado, foram tratadas termicamente a temperaturas de 750, 850, 950, 1.050 °C a uma velocidade de 5 °C/min e 1 hora de patamar de queima em grupos de 8 unidades.

No estudo da evolução das fases em função da temperatura para a LV0, a partir dos compactos obtidos por prensagem uniaxial, o tratamento térmico foi realizado em atmosfera oxidante no intervalo de temperatura de 750-1.150 °C, a uma velocidade de aquecimento de 5 °C/min com tempo de permanência no patamar por 1 min, e resfriados livremente até a temperatura ambiente.

Os corpos de prova (cp's) obtidos por extrusão, depois de submetidos a secagem em estufa de circulação de ar forçada a 110 °C/ 24 h, foram queimados nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1.050 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C/min e tempo de permanência no patamar de 1 hora.

4.1.14 Determinação das características cerâmicas

4.1.14.1 Tensão de ruptura à flexão em três pontos (TRF)

Para a determinação da Tensão de Ruptura à Flexão em Três Pontos, foi utilizada uma máquina de Ensaios Mecânicos Universal de laboratório Tira Test 2705 seguindo as determinações da norma *NBR-6113/97* (Materiais refratários densos conformados - Determinação da resistência à flexão à temperatura ambiente) da *ABNT* [48]. A tensão de ruptura, tanto para prensados como extrudados, foi calculada mediante seguinte equação:

$$T = \frac{3}{2 - 2}$$
(3.1)

$$F = \frac{3}{2 - 2}$$

Onde:

- TRF tensão de ruptura à flexão (MPa);
- P carga atingida no momento da ruptura (kN);
- L distância entre os apoios do corpo de prova (mm);
- b largura do corpo de prova (mm);
- h espessura do corpo de prova (mm).

4.1.14.2 Absorção de água (AA)

Para a determinação da Absorção de Água (AA) dos cp's prensados e extrudados foi utilizado o princípio de Arquimedes utilizando-se uma balança analítica (Balança hidrostática) com precisão de 0,001 g de acordo com a norma *NBR 6220/97 da ABNT (ABNT-NBR 8947 - Determinação da Massa e Absorção de Água)* [49] e calculada mediante a seguinte expressão:

$$AA(\%) = \frac{Mu - Ms}{Ms} \times 100$$
(3.2)

Onde:

- Mu massa do corpo úmido (g);
- Ms massa do corpo seco (g).

4.1.14.3 Retração linear (RL)

As medidas de Retração Linear, antes e após queima, foram determinadas mediante a medida das dimensões dos compactos após prensagem, após secagem a 110 °C e após tratamento térmico na temperatura de trabalho, de

acordo com a norma NBR 6220/97 da ABNT [49]. Os valores foram calculados mediante a seguinte equação:

$$RL(\%) = \frac{L_{o} - L_{f}}{L_{f}} \times 100$$
 (3.3)

Onde:

L₀ = Comprimento inicial do corpo de prova (antes da secagem ou queima) (cm);

 L_f = Comprimento final do corpo de prova (após secagem ou queima) (cm).

Para o material extrudado segue-se a mesma metodologia, incluindo-se no entanto, uma etapa intermediária na secagem para se obter os parâmetros da curva de Bigot.

4.1.14.4 Massa específica aparente após queima (MEA)

A massa específica aparente (MEA) foi determinada medindo-se a massa e as dimensões dos corpos de prova, após secagem a 110 °C e após queima, de acordo com a norma NBR 6220/97 da ABNT [49].

$$\mathsf{MEA} = \frac{\mathsf{m}}{\mathsf{V}} \tag{3.4}$$

Onde:

• m = peso do corpo de prova antes ou após a queima (g);

• V = Volume do sólido + volume de poros (abertos e fechados) (cm³);

4.1.14.5 Porosidade aparente (PA)

A porosidade aparente (PA) foi obtida pelo princípio de Arquimedes ou da balança hidrostática, de acordo com a norma NBR 6220/97 da ABNT [49]. Os valores foram determinados mediante a seguinte expressão:

$$PA(\%) = \frac{[(m_u - m_s)]}{[m_u - m_i]} \times 100$$
(3.5)

Onde:

- M_s = massa do corpo de prova seco (g);
- M_u = massa do corpo de prova úmido (g);
- M_i = massa do corpo de imerso (g).

4.1.15 Classificação dos resíduos nos materiais produzidos de acordo com a NBR 10004

Para análise segundo a NBR 10004 as misturas LVAMSL extrudadas, com adição de LV de 45, 50 e 65 %-p, após queima, foram submetidas à solubilização e lixiviação para sua classificação segundo a NBR 10004 [50]. Foram analisados os elementos, Cromo total, Chumbo, Ferro, Alumínio, Cádmio, Cobre e Zinco, pH e Na₂O. Para isto foram levados para análise em laboratório seis amostras de 1,5 kg, correspondentes às misturas LVAMSL extrudadas com 45 e 65 %-p de LV, tratadas termicamente a 750, 850 e 1050 °C.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização das Matérias Primas

5.1.1 Caracterização da lama vermelha (LV)

O resultado da análise química da Lama Vermelha (LV) utilizada neste estudo é mostrado na Tabela 5.1. Pode-se observar que o material está constituído por uma mistura de óxidos sendo, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, Na₂O os majoritários. Também estão presentes na sua composição, MgO, CaO, TiO₂ e K₂O.

Tabela 5.1 – Composição Química da Lama Vermelha (LV)			
Determinação	% em peso		
SiO ₂	14,37		
Al ₂ O ₃	20,77		
Fe ₂ O ₃	31,22		
Na ₂ O	9,87		
TiO ₂	4,55		
K ₂ O	0,20		
MgO	3,92		
CaO	2,49		
PF	12,61		
Total	100,00		

No estudo da determinação da granulometria por peneiramento (úmido), nenhuma das peneiras (100, 200, 325 e 400 mesh série Tyler) apresentou massa retida. Os dados da superfície específica, do resíduo na peneira 325 mesh (série Tyler) e da análise granulométrica por laser são apresentados na Tabela 5.2, onde se pode observar que o material não apresenta resíduo retido na peneira 325 mesh (44 μ m), com uma superfície específica de 12,96m²/g.

Tabela 5.2 – Distribuição de tamanhos de partícula da LV			
D ₁₀ (µm)	7,50		
D ₅₀ (μm)	59,80		
D ₉₀ (μm)	169,40		
Se (B.E.T.) (m ² /g)	12,96		
Resíduo – 325 mesh (44 µm)	0,0		
Densidade Real (g/cm ³)	2,17		

O resultado da análise granulométrica por laser da LV é apresentado na Fig. 5.1. Observa-se que o material apresenta uma distribuição de tamanho de partículas bimodal compreendida entre 2 e 600 µm, , com modas centradas em 14 e 110 µm, tamanho de partícula e/ou aglomerados correspondentes a um D₁₀ = 7,50 µm; D₅₀ = 59,80 µm; e D₉₀ = 169,40 µm, e com uma superfície especifica volumétrica (VSA) de 2.845,9 (cm²/cm³).



Figura 5.1. Distribuição de tamanho de partícula da Lama Vermelha.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura do material se apresentam na Fig. 5.2. Observa-se, em baixos aumentos, que o material é constituído por aglomerados suaves formados por partículas com diferentes tamanhos na ordem de 5-10 µm. A maiores aumentos, verifica-se a presença de aglomerados porosos maiores que 2,5 µm, formados por partículas submicrométricas.



Figura 5.2. Micrografia da Lama Vermelha obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura nos modos eletrosecundários e retroespalhados com ampliações a 5.000 e 10.000 X.

A caracterização mineralógica da LV por difração de raios X é apresentada na Fig. 5.3. Pode-se observar que este material apresenta uma composição mineralógica variada, com fases de baixa cristalinidade, em função do alargamento dos picos e da baixa intensidade dos mesmos, o que está associado ao elevado teor de ferro na amostra (efeito de fluorescência). Os minerais identificados na amostra foram: Hematita (H), Anatásio (A), Gibbsita (Gb), Goethita (Gt), Sodalita (S), Chantalita (C) e uma banda em torno de $2\Theta = 12^{\circ}$, que pode ser atribuída à Metacaulinita (MC), proveniente da decomposição hidrotermal de quantidades variáveis de Caolinita presentes na Bauxita.



Figura 5.3. Difração de Raios X da Lama Vermelha.

O comportamento térmico da LV estudada é mostrado na Fig. 5.4 (a-b). Na Fig. 5.4-a, pode-se observar na curva TG, que o material apresenta uma perda de massa em dois estágios: um até aproximadamente 300 °C, e outro a partir desta temperatura até (1.000 °C, alcançando uma perda de massa de 17 %). Na curva DTG da mesma figura, se observam duas mudanças de inflexão, uma a ~100 °C (6 % em peso) que corresponde à perda de água livre presente na amostra, e outra a ~300 °C, que pode ser atribuída à decomposição ou desidroxilação dos hidróxidos de alumínio (gibbsita) e ferro (goethita) presentes no material. A Fig. 5.4-b apresenta uma curva DTA, na qual podem ser observadas mudanças térmicas não detectadas no TG-DTG. Nesta pode se observar cinco efeitos endotérmicos com máximos a:

a) 98 °C, que corresponde à perda de água livre;

b) 287 °C, que está associado à desidroxilação de hidróxidos de ferro presentes no material;

c) 322 °C, que pode corresponder à decomposição do hidróxido de alumínio presente na forma de gibbsita para formar boehmita;

d) 386 °C, decomposição da boehmita com formação de uma alumina de transição;

e) 1.235 °C, que deve corresponder à formação de mulita e a outras fases cristalinas presentes no material.



Figura 5.4. Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica da Lama Vermelha com taxa de aquecimento de 25 °C/min. a) TG-DTG até 1.000 °C. b) DTA até 1.235 °C.

O resultado do comportamento térmico da LV obtido por dilatometria ótica (microscopia de aquecimento) se apresenta na Figura 5.5 (a-b). Pode-se observar na Figura 5.5-a, que o material não apresenta alterações dimensionais significativas até os 850 °C. A partir desta temperatura se observa na curva dilatométrica da LV uma variação em suas dimensões que pode ser dividida em três estágios:

a) Entre 850-1150 °C se observa uma contração da ordem de 10 %.

b) Entre 1.150-1250 °C se observa uma mudança brusca na pendente da curva com uma contração de 20 %.

c) A temperaturas superiores a 1250 °C, a mostra começa a sinterizar com uma contração de 20 % até o final do ensaio a 1350 °C.

Na seqüência de fotos realizadas durante o ensaio dilatométrico (Figura 5.5-b), pode-se observar que a amostra não contrai significativamente até os 1250 °C, e que a 1350 °C, não apresenta ângulos retos nas suas faces apresentando fusão parcial com formação de fase líquida o que indica que, a temperaturas superiores deverá ocorrer a fusão total da mostra.



Figura 5.5. Dilatometria Ótica da Lama Vermelha. a) Variação das dimensões em função da temperatura. b) Seqüência de fotografias em função da temperatura obtidas durante o aquecimento da amostra até 1350 °C.

O resultado do estudo por DRX da evolução das fases com a temperatura em amostras de LV tratadas termicamente no intervalo de temperatura de 750-1.150 °C é mostrado na Fig. 5.6.

De acordo com a Fig. 5.6, e levando-se em conta os dados das análises térmicas (DTA-DTG-TG e Dilatometria) os fenômenos que ocorrem na LV com o aumento da temperatura podem ser resumidos de acordo com as seguintes reações:

a) Em temperaturas próximas a 100 °C ocorre à perda de água livre presente no material;

$$H_2O_{(I)} \rightarrow H_2O_{(V)} \tag{5.1}$$

b) No intervalo de temperaturas entre 288 e 322 °C, deve ocorrer a desidroxilação da goethita com a formação de hematita [39,51,52,53], conforme:

$$2 \cdot \text{FeOOH} \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}_{(v)} \tag{5.2}$$

c) Entre 322-386 °C acontece a decomposição da gibbsita para dar lugar à boehmita, formando uma alumina de transição crisptocristalina não detectada por DRX, na seqüência de difratogramas da LV no intervalo de temperatura de 750-1.150 °C /1 h. Este fato é suportado pela presença da reflexão da gibbsita, localizada em 18,21° (4,87 Å) em 2Θ na amostra de LV *"in natura"*, e pelos picos endotérmicos presentes no DTA a 322 °C e 386 °C , podendo ser expresso pelas seguintes equações [51,52]:

$$2 \cdot \text{AI}(\text{OH})_3 \rightarrow 2 \cdot \text{AIO} \cdot \text{OH} + 2 \cdot \text{H}_2\text{O}_{(\text{v})}$$
(5.3)

$$2 \cdot \text{AIO} \cdot \text{OH} \rightarrow \text{AI}_2\text{O}_3 \cdot k + \text{H}_2\text{O}_{(v)}$$
(5.4)

d) A temperaturas entre 388 e 850 °C, tem lugar uma seqüência de eventos térmicos que se superpõem, podendo ser atribuidos a desidroxilação e descarbonatação das fases hidratadas de baixa cristalinidade, como a chantalita (CaAl₂SiO₄(OH)₄) e a sodalita [Na₈(Al₆Si₆O₂₄)(CO₃)(H₂O)₃]:

$$CaAl_2SiO_4(OH)_4 \rightarrow CaO \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 2 \cdot H_2O$$
(5.5)

$$[Na_8(AI_6Si_6O_{24})(CO_3)(H_2O)_3] \rightarrow [Na_8(AI_6Si_6O_{24})(CO_3)] + 3 \cdot H_2O$$
(5.6)

$$[Na_8(Al_6Si_6O_{24})(CO_3)] \rightarrow Na_8(Al_6Si_6O_{24}) + CO_{3(g)}$$
(5.7)

e) Entre 750 °C até 850 °C, as fases dominantes são: a hematita (2,51 e 2,69 Å) e a sodalita (6,38 Å) que está presente em pequenas quantidades. A 850 °C se observa a formação de um aluminosilicato do tipo Ca-Si-Al (CaO·2Al₂O₃·2·SiO₂) identificado a $2\Theta = 21,5$ ° (2,05 Å) [39] a qual pode se formar mediante a reação da Chantalita desidratada com restos de sílica amorfa e alumina criptocristalina presentes no material segundo a reação:

$$CaO \cdot Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 2 \cdot SiO_2 + Al_2O_3 \cdot k \rightarrow CaO \cdot 2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2 \cdot SiO_2$$
(5.8)

f) A 950 °C, bem como, a temperaturas superiores se observa a formação da Nefelina ($2\Theta = 29,10^{\circ}$; d = 3,06 Å e 22,90°; d = 3,91 Å) e também se detecta a ausência da fase de tipo Ca-Si-Al observada no difratograma da LV a 850 °C. Isto pode ser explicado se levarmos em conta a reação entre parte da sodalita desidratada com restos de alumina e sílica amorfa em uma primeira etapa para formar a nefelina:

$$Na_{8}(Al_{6}Si_{6}O_{24}) + 2 \cdot SiO_{2} + 2 \cdot Al_{2}O_{3} \cdot k \rightarrow 4 \cdot (Na_{2}(Al_{2}Si_{2}O_{8})) + O_{2(g)}$$
(5.9)

Numa segunda etapa ocorre a reação transitória do tipo CaO-2-Al₂O₃-2-SiO₂ para dar lugar a nefelina:

$$4 \cdot [CaO \cdot 2 \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2] + 4 \cdot Na_2O + \rightarrow 4 \cdot (Na_2Al_2Si_2O_8) + 4 \cdot CaO + 8 \cdot SiO_2 \quad (5.10)$$



Figura 5.6. Difratogramas de raios-X da LV obtidas nas seguintes temperaturas: 750, 850, 950, 1050 e 1150 °C.

g) A temperaturas superiores a 1150 °C, ocorrem várias reações como a reação da hematita com cal e sílica para formar andratita [39], assim como, a reação da cal com a alumina ainda disponível no sistema para formar aluminato tricalcico (Ca₃Al₂O₆) que poderá decompor em cal livre e mayenita (Ca₁₂Al₁₄O₃₃) ou reagir com Na₂O disponível Na₂O para formar uma família de soluções sólidas do tipo feldspatoide, anortita e titanatos de alumínio e ferro, conforme as reações a seguir :

$$3 \cdot \text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3 \cdot \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Ca}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$$
(5.11)

$$3 \cdot \text{CaO} + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 \tag{5.12}$$

$$7 \cdot \text{Ca}_3 \text{Al}_2 \text{O}_6 \rightarrow 9 \cdot \text{CaO} + \text{Ca}_{12} \text{Al}_{14} \text{O}_{33} \tag{5.13}$$

$$Ca_{3}AI_{2}O_{6} + Na_{2}O \rightarrow Na_{2x}Ca_{3-x}AI_{2}O_{6} + xCaO$$
(5.14)

Vale a pena ressaltar que a 1150 °C, ocorre o escurecimento acentuado das amostras, efeito que está associado à redução do Fe³⁺ para Fe²⁺ também observado por outros autores [38,39].

5.1.1.2 Características cerâmicas do resíduo LV0

Os limites de Atterberg obtidos no ensaio de plasticidade da LV (Aparelho de Casagrande) são apresentados na Tabela 5.3. Os valores indicam que a LV apresenta uma baixa plasticidade, sendo não adequada para uso na conformação de peças por extrusão, o que torna necessário a sua utilização em combinação com materiais plásticos (argilas). A determinação da plasticidade é de grande importância tecnológica para a conformação de materiais cerâmicos estruturais (cerâmica vermelha), a serem obtidos pelo processo de extrusão. O limite plástico (LP) indica a quantidade de água mínima que um solo, uma argila ou uma massa cerâmica deve conter para ser conformado por extrusão a vácuo. Outro parâmetro importante é o limite de liquidez (LL), que corresponde à máxima quantidade de água que a argila ou massa cerâmica pode conter para ainda serem moldáveis; enquanto que o índice de plasticidade (IP) representa a diferença entre os limites de liquidez e de plasticidade, indicando a quantidade de água que ainda pode ser adicionada a partir do limite de plasticidade, sem alterar o estado plástico da argila ou massa cerâmica. Estima-se que valores do LP entre 22-24% e de IP de 10% são os mais adequados para extrudar materiais cerâmicos estruturais [54].

Tabela 5.3 – Limites de Atterberg para a LV				
LL	25,60 %			
LP	17,59 %			
IP	8,01 %			

A Fig. 5.7 (a-c) apresenta o resultado das propriedades cerâmicas da LV determinadas no intervalo de temperatura entre 750 e 1150° C. Observa-se na Fig. 5.7-a, que o material apresenta capacidade de sinterização reduzida neste intervalo, o que pode ser constatado pelos elevados valores da absorção de água (25,7 ± 0,6 a 37,3 ± 0,9%) e os baixos valores das massas específicas aparentes obtidas (1,38 – 1,74g/cm³). Este comportamento pode ser atribuído a dois fatores:

a) Ao elevado conteúdo de AI_2O_3 (20,77 % em peso) presente na composição química da LV, o que dificulta a formação de fases de baixo ponto de fusão (eutéticos) nos primeiros estágios de aquecimento [53], apesar dos elevados teores de alcalinos fundentes (Na₂O + K₂O = 10,02 % em peso) presentes na composição.

b) À elevada perda ao fogo (eliminação de gases) que o material apresenta no intervalo de temperatura (18% em peso) o que contribui para a elevada porosidade aparente apresentada (36,9 \pm 1,8 % a 1150 °C), com valores de tensões de ruptura a flexão (TRF) de 8,4 \pm 0,7 MPa, como pode ser observado na Fig. 5.7-b.

Outro aspecto importante sobre o comportamento cerâmico (térmico) da LV pode ser extraído dos dados de retração linear (Fig. 5.7-c), os quais variam muito pouco em 750 \leq Temperatura \leq 950 °C, estando de acordo com os resultados obtidos no ensaio de dilatometria ótica. Assim como, em temperaturas superiores a 950°C, observa-se um rápido aumento da contração no material, atingindo um valor de 8,4 \pm 0,9% a 1150°C, confirmando também os resultados obtidos por dilatometria óptica.





Figura 5.7. Variação das propriedades cerâmicas da LV: a) MEA e AA em função da temperatura; b) TRF em três pontos e PA em função da temperatura. c) RL e PA em função da temperatura.

5.1.2 Caracterização das argilas (AM0 e ASL0)

5.1.2.1 Análise química

Os resultados da análise química das argilas AMO e ASLO utilizadas neste estudo são apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Composição Química das amostras de argila (% em peso)										
Amostra	Determinação									
	SiO ₂	AI_2O_3	Fe_2O_3	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	PF	SiO ₂ /Al ₂ O ₃
AM0	51,10	29,03	2,85	2,11	1,06	0,26	0,12	0,47	13,00	1,76
ASL0	72,69	13,88	3,77	0,93	1,76	1,07	1,02	1,16	3,72	5,23

Nesta tabela pode-se observar que a argila AM0, apresenta teores de ferro total inferior a 3 %-p, sílica próxima a 50 %-p, alumina em torno de 30 %-p, com perdas ao fogo de 13%-p, valor próximo ao valor da perda de massa teórica da caolinita ($AI_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O - 13,95$ %-p). Enquanto que, os teores de óxidos alcalinos ($Na_2O + K_2O$) que atuam como fundentes é de 1,32 %-p e os alcalinos térreos (CaO + MgO) 0,59 %-p. Os baixos teores de ferro apresentados por este material (2,85 %) indica tratar-se de uma argila de queima clara. Por outro lado, a relação SiO₂/Al₂O₃ na amostra situa-se em torno de 1,76, indicando que esta apresenta elevados teores de argilominerais, principalmente caolinita na sua composição.

A argila ASL0 apresenta elevado teor de sílica, próximo a 73 %-p na sua composição, com perda ao fogo de 3,72 %-p, e teor de Fe₂O₃ total de 3,77 %-p, bem mais elevado que a argila AMO, o que indica que esta argila deverá apresentar coloração vermelha após queima em atmosfera oxidante. A relação SiO₂/Al₂O₃ é de aproximadamente 5,24, indicando que a amostra apresenta elevado teor de quartzo.

5.1.2.2 Distribuição granulométrica e resíduo em peneira # 325 mesh

A Tabela 5.5, apresenta os valores referentes à distribuição do tamanho de partícula e/ou aglomerados das argilas AM0 e ASL0, obtidos por difração a laser. Pode-se observar para D10 (10 % do material que apresenta tamanho menor que o valor determinado), ambas as argilas apresentam um tamanho de partícula semelhante, 2,22 e 2,76 µm. Por outro lado, o D50 mostra que a argila ASL0 apresenta um tamanho médio de partícula superior ao da argila AM0, o mesmo se observa para o D90.

Esta diferença de granulometria entre ambas as argilas AM0 e ASL0 se confirma através dos dados obtidos no ensaio de resíduo na peneira # 325 mesh de 2,42 e 34,56 %-p respectivamente.

	ie en gliele i li	
Determinação	AM0	ASL0
Resíduo retido > 325 mesh (% em peso)	2,42	34,56
D ₁₀ (μm)	2,22	2,76
D ₅₀ (µm)	13,83	26,52
D ₉₀ (μm)	48,30	184,22

Tabela 5.5 – Distribuição de tamanhos de partícula das argilas AM0 e ASL	.0
--	----

5.1.2.3 Comportamento térmico das argilas

O comportamento térmico das argilas obtido por Análise Termogravimétrica (TG) e Análise Termo diferencial (DTA) é mostrado na Figura 5.8 (a) (AM0) e 5.8-b (ASL0). Na Figura 5.8-a, observa-se na curva TG que a argila AM0 apresenta uma perda contínua de massa de 15,2 %-p, Na curva DTA, (Figura 5.8-a), observam-se três efeitos térmicos:

a) Um efeito endotérmico com máximo em 77 ºC que deve corresponder à eliminação de água livre presente no material;

b) O segundo efeito endotérmico que se observa, ocorre com máximo a 526 °C e está associada à desidroxilação da caolinita (Al₂O₃·2SiO₂·2H₂O) presente na amostra;

c) Já o efeito exotérmico que se observa a 967 °C corresponde à nucleação da mulita primária.

Na Figura 5.8-b, observa-se que a amostra apresenta um comportamento semelhante à anterior com efeitos térmicos a:

a) Endotérmico – 71 °C que corresponde à perda de água livre;

b) Endotérmico – 522 °C, desidroxilação da Caolinita;

c) Exotérmico – 846 °C, que corresponde à nucleação de mulita.



Figura 5.8. Análise Termogravimétrica e Termo Diferencial (TG-DTA) com taxa de aquecimento de 25 °C/min das argilas: a) AM0; b) ASL0.

5.1.2.4 Caracterização mineral

O resultado da análise por difração de raios X das argilas AMO e ASLO, é mostrado na Figura 5.9. Nesta figura observa-se que a amostra ASLO, apresenta na sua composição mineralógica: quartzo (d=3,34 Å (101)) e caolinita (d=7,10Å (001); d=4,41Å (110); d=3,56Å (002)) como fases majoritárias, e feldspatos (3,25Å (002)) como minoritários. Na mesma figura pode-se observar que a argila AMO está constituída principalmente por caolinita e quartzo, a ampliação dos difratogramas na região $2\Theta = 0-28^{\circ}$ observa-se a presença de goethita (d=4,18Å (101)) e Anastásio (d=3,52Å (101)) de pequena intensidade. Na argila AMO a caolinita presente é mal cristalizada (do tipo *high defects* ou *low order*), apresentando apenas um único pico dos três (*triplet*) do índice de Hinckley.



Figura 5.9. Difratogramas de raios-X das argilas AM0 e ASL0.

5.1.2.5 Características cerâmicas das argilas AMO e ASLO

A Tabela 5.6 apresenta os resultados dos limites de Atterberg das argilas estudadas; limite de liquidez (LL), limite plástico (LP) e índice de plasticidade (IP). Pode-se observar que os limites de liquidez variaram de 44,70 a 56,85 %, enquanto que os limites de plásticos entre 27,41 a 28,75 %, para a argila AM0 e ASL0 respectivamente. O índice de plasticidade da argila ASL0 foi de 17,29 % e o da argila AM0 28,10 %. A partir destes dados pode-se afirmar que a argila ASL0 apresenta menos plasticidade que a AM0, devido à presença de maior quantidade de quartzo na sua composição (maior resíduo na peneira 325 mesh), porém ambas são classificadas como plásticas já que apresentam índices de plasticidade superiores a 15%. Já argila AM0 poderia ser considerada como do tipo "*ball clay*" [55], uma vez que para este tipo de argila o índice de plasticidade situa-se na faixa de 26-38%.

Tabela 5.6 – Limites de Atterberg para as argilas estudadas				
Determinação	Amostra			
	AM0	ASL0		
LL (%)	56,85	44,70		
LP (%)	28,75	27,41		
IP (%)	28,10	17,29		

O resultado das propriedades cerâmicas após tratamento térmico das argilas AMO e ASLO, apresenta-se nas curvas das Figuras 5.10-(a-b). Na Figura 5.10-a, observa-se que as duas argilas apresentam comportamentos diferentes. Para a argila AMO a TRF é de 24,22 \pm 3,19 MPa a 1.150 °C, PA de 15,76 \pm 1,98 %, AA de 9,81 \pm 1,62 %, RLT de 17,07 \pm 0,29 % e, cor de queima creme. Já a argila

ASL0 apresenta à mesma temperatura uma TRF de 4,10 \pm 0,30 MPa, AA de 14,24 \pm 1,44 %, PA de 20,85 \pm 1,28 %, RLT 2,36 \pm 0,64, com cor de queima alaranjado.



Figura 5.10. Propriedades cerâmicas das argilas AM0 e ASL0. a) AA e RLT em função da temperatura. b) TRF e PA em função da temperatura.
As curvas de gresificação (Figura 5.10-b) mostram uma rápida diminuição da absorção de água (AA) que atinge 9,81 \pm 1,62 %, a 1150 °C com uma retração linear total (RLT) de 17,07 \pm 0,29 % para a argila AMO. Já a argila ASLO á mesma temperatura apresenta uma AA de 14,24 \pm 1,44 % com RLT de 2,36 \pm 0,64 %, o que indica que este material apresenta baixa sinterização a esta temperatura o que pode ser atribuído à quantidade de quartzo presente na sua composição e ao elevado tamanho de partícula desta fase.

5.2 Comportamento Cerâmico de Misturas de LV + Argilas

5.2.1 Características cerâmicas das misturas LV + Argila AM0 prensadas

As Figuras 5.11-(a-b), mostram o comportamento da TRF e da PA dos corpos de prova obtidos mediante a mistura da argila AM0 e LV0, variando o teor LV adicionado à mistura, após queima a temperaturas de 750 e 850.







Figura 5.11. Variação da TRF da AA em função do teor de LV (% em peso) adicionada à argila AM0: a) Queima a 750 °C; b) Queima a 850 °C; c) Queima a 950 °C; d) Queima a 1050 °C.

Nestas figuras se observa que ao elevar o teor de LV adicionado à argila, a TRF diminui continuamente, e a PA aumenta, chegando a valores na ordem de 1,17 \pm 0,06 MPa e 48,84 \pm 1,92 % para a mistura tratada termicamente a 750 ° C e 3,31 \pm 0,50 MPa e 42,29 \pm 0,84 % para a massa tratada termicamente a 850 °C, para teores de LV da ordem de 75 %-p. Este comportamento se explica se levarmos em conta à baixa reatividade que apresenta a LV no intervalo de temperatura de 750-850 °C, não sendo estas temperaturas suficientemente altas para promover a sinterização e/ou formação de fases que alterem ou melhorem as propriedades mecânicas do material, o que está de acordo com os dados obtidos no estudo de dilatometria ótica apresentado neste trabalho no item 5.1.1.

O resultado da queima a 950 e 1050 °C é mostrado nas Figuras 5.11 – (c e d). Os dados apresentados nestas figuras mostram que os materiais obtidos a estas temperaturas apresentam um comportamento diferente dos anteriores (750 e 850 °C) uma vez que se observa um aumento da TRF à medida que aumenta a concentração de LV adicionada até atingir um valor de 45 %-p. A partir desta concentração se registra uma diminuição contínua da TRF na mistura tratada termicamente a 950 °C. Para teores acima deste valor se observa uma recuperação da TRF na mistura tratada termicamente até 1050 °C. No entanto, os valores obtidos de TRF são superiores aos das queimas a 750 e 850 °C. Os valores de TRF e AA alcançados para a concentração a LV de 45 %-p, foram de 18,27 ± 2,38 MPa, 14,42 ± 0,66 % para queima a 950 °C e, 40,60 ± 4,42 MPa, 2,61 ± 0,37 %, para a queima a 1050 °C.

É importante destacar que para concentrações de LV, entre 5 e 45 %-p, no intervalo de temperatura de 850-1050 os valores de TRF e AA determinados, foram superiores aos estabelecidos pela norma NBR 6113 e 6220 para tijolos maciços (TRF: 2,0 MPa – AA: não especificada), tijolos furados (TRF: 5,5 MPa – AA: 25,0 %) e telhas (TRF: 6,5 MPa – AA: 20,0 %), podendo ser estas composições uma alternativa econômica e interessante para a fabricação de materiais estruturais.

Outro aspecto importante que se deduz das curvas de gresificação apresentadas é a queda contínua na TRF, que se observa para as amostras na região de 45–75%-p de LV adicionada, tratadas termicamente no intervalo de temperaturas de 750- 950 °C. À temperatura de 1050 °C, a partir dos 55 %-p de LV adicionada, observa-se um aumento da TRF até atingir valores da ordem de 20 MPa. Este comportamento se explica se levarmos em conta os dados de dilatometria ótica da LV (Figura 5.5), os quais mostraram a baixa reatividade que apresenta a LV até a temperatura de 950 °C, indicando que até esta temperatura a reatividade da massa cerâmica é governada pelos componentes presentes na argila. Enquanto que em concentrações maiores a LV participa dos processos de reação em estado sólido, e não como inerte na massa.

Para uma melhor análise do efeito da temperatura nas propriedades cerâmicas das misturas de LV e argila AMO, são apresentadas nas Figuras 5.12-(a-c) as curvas de gresificação das misturas estudadas as quais foram divididas em quatro grupos de acordo com o teor de LV adicionada.

Na Figura 5.12-a, pode-se observar como a RLT da massa aumenta com a temperatura à medida que aumenta o teor de LV adicionado à argila AMO. Observa-se que para as concentrações entre 5 e 15 %-p de LV, a RLT das peças é da mesma ordem de grandeza da RLT apresentada pela argila AMO e a LV puras. Este comportamento indica que neste intervalo de concentrações a adição da LV não afeta de maneira significativa o comportamento da massa, o que confirma a afirmação de que os processos de reação são governados essencialmente pelo comportamento da argila AMO. Já para um teor de 25 % a RLT apresenta um comportamento quase exponencial, sendo este mais acentuado a partir dos 850 °C, atingindo um valor de 12 % a 1050 °C.





Figura 5.12. Curvas de gresificação, das misturas LVAM prensadas em função da temperatura de processamento. a) Teor de LV adicionado de 5-25 %-p. b) Teor de LV adicionado 35-55 %-p. c) Teor de LV adicionado 55-75 %-p.

Para os teores compreendidos entre 35 e 45% de LV, observa-se na Figura 5.12-b, que os materiais obtidos apresentam um comportamento análogo aos anteriores, com uma diminuição dos valores de AA (2 – 6 %), e aumento da RLT (14-18%) a 1050 °C, indicando um aumento da reatividade da LV no volume da massa.

O comportamento durante a gresificação das misturas de LV + AMO para teores de LV entre 55-75 %-p é mostrado na Figura 5.12-c. Observa-se na figura que a RLT das amostras aumenta como nos casos anteriores com o aumento da temperatura, sendo o comportamento das três composições semelhante. Porém para a concentração de 65 e 75 %-p de LV, no intervalo de temperatura de 850 e 950 °C observa-se que as propriedades permanecem quase constantes. Isto se explica levando em conta a elevada concentração de LV adicionada à massa, a qual controla os processos de reação, devido à baixa a reatividade da mesma.

5.2.2 Características cerâmicas das misturas LV + Argila ASL0 prensadas

Os gráficos apresentados na Figura 5.13 (a-d) apresentam o comportamento da argila ASLO após queima a diferentes temperaturas em função do teor de LV adicionada.





Figura 5.13. Variação da TRF e da AÁ em função do teor de LV (% em peso) adicionada à argila ASL0: a) Queima a 750 °C; b) Queima a 850 °C; c) Queima a 950 °C; d) Queima 1050 °C.

Para as misturas de argila ASL0 + LV, tratadas termicamente à temperaturas de queima 750 e 850 °C, pode-se observar nas Figuras 5.13-(a e b), um aumento progressivo da TRF com o aumento do teor de LV adicionada até concentrações entre 45 e 55 %-p, a partir da qual se observa uma diminuição continua desta propriedade. Outro aspecto importante observado nestas figuras é que a TRF dos materiais das misturas ASL0 + LV, neste intervalo de temperatura apresentam valores inferiores aos apresentados pelas misturas LV + AM0, o que pode ser explicado se levarmos em conta a baixa plasticidade e elevado tamanho de partícula que esta argila apresenta.

Na Figura 5.13-c, observa-se o mesmo comportamento já observado nas misturas LV + AMO, ou seja, um aumento da TRF até teores de LV de 45 %-p, a partir desta concentração até concentrações de 75 %-p de LV, novamente a TRF cai para a temperatura de 950 °C, alcançando valores de aproximadamente 3 MPa. Quando o material é tratado termicamente à temperatura de 1050 °C (Figura 5.13-d), a TRF apresenta um aumento progressivo à medida que o teor aumenta. Apesar da queda observada no intervalo de 45 a 55 %-p de LV, os valores da TRF a 55 % são superiores a 12 MPa.

O comportamento da AA e da RLT em função da temperatura, para a mesma mistura pode ser observado na Figura 5.14 (a-c).





Figura 5.14. Variação da AA e da RLT das misturas LVASL prensada com teores de 5 a 75 %-p de LV, em função da temperatura de processamento. a) Teor de LV adicionado de 5-25 %-p. b) Teor de LV adicionado 35-55 %-p. c) Teor de LV adicionado 55-75 %-p.

As curvas de gresificação das misturas LV + ASL0 (Figura 5.14 (a-c)) mostram que a 750 °C todas as composições apresentam RLT negativa em todo intervalo de concentrações, fato não observado a temperaturas superiores e nem na nas misturas LV + argila AMO. Este evento pode estar associado à presença de pequenas quantidades de argilominerais expansivos na argila não sendo detectados por DRX.

Outro aspecto importante observado nas Figuras 5.14-(a-c), é que os valores de RLT em todo o intervalo de temperatura estudado para todas as composições não ultrapassaram 7 %, mostrando a baixa reatividade da argila adicionada e a baixa sinterabilidade dos materiais obtidos a pesar dos valores de TRF e AA nas temperaturas estudadas, serem compatíveis com os valores estabelecidos nas normas NBR 6113 e 6220 para materiais estruturais. Esta baixa RLT se deve à diferença de granulometria entre as argilas AMO e ASLO que para o caso das misturas LV + ASL melhora o empacotamento de partícula dos compactos obtidos.

5.2.3 Características cerâmicas das misturas LV – argila AMO – argila ASLO prensadas

Em virtude da preparação de amostras prensadas do material constituirse um meio de processamento, em que a menor quantidade de material manuseado facilita um maior controle das matérias primas e eventualmente uma maior uniformidade e reprodutibilidade dos dados durante o processamento e determinação de suas propriedades cerâmicas, optou-se por uma avaliação prévia da adição de LV nas mesmas proporções à mistura das duas argilas (AM0 + ASL0). O comportamento desta nova mistura permitiu obter informações para os devidos ajustes necessários a massa, visando sua posterior utilização na obtenção de materiais extrudados. Deste modo, levando-se em conta o diagrama de Winkler [56] que define as características para extrusão de materiais cerâmicos, é que tanto a LV como a argila AM0, apresentam uma granulometria muito fina, tornou-se necessário um ajuste granulométrico das matérias primas, as quais foram misturadas numa proporção fixa de duas partes da argila AM0, para três da argila ASL0. A seguir mostra-se o resultado do comportamento das propriedades cerâmicas avaliadas nesta nova mistura com crescentes de teores de LV, nas temperaturas de queima de 750, 850, 950 e 1050 °C.

O resultado do processamento da mistura LVAMSL tratadas termicamente a 750 e 850 °C é exposto na Figura 5.15-(a e b). Pode-se apreciar nestas que a TRF aumenta até um teor de LV de 35%-p de LV, com valores superiores a 6 e 18 MPa, respectivamente. Acima desta concentração a TRF cai bruscamente até adições em torno de 45%, voltando a crescer em seguida até teores em torno de 65% com valores de aproximadamente 3 e 9 MPa, para diminuir novamente para valores de LV de 75 %-p, atingindo valores próximos a 1 e 3 MPa.







Figura 5.15. Variação da TRF e da PA da mistura LVAMSL prensada, em função do teor de Lama Vermelha mediante queima à: a) 750 °C; b) 850 °C; c) 950; d) 1.050 °C.

A 950 e 1050 °C o comportamento da TRF é semelhante (Figura 15.15 (c e d), no entanto, esta aumenta com a temperatura, atingindo valores para as adições de 35 %-p de LV de 19 e 28 MPa, respectivamente. É importante observar que para o intervalo crítico, é dizer o intervalo de concentrações de LV onde a TRF cai bruscamente, os valores desta propriedade, tanto a 950 como a 1050 °C, são superiores aos estabelecidos na norma NBR 6113 e 6220 para tijolos furados, tijolos maciços e telhas para a fabricação de materiais cerâmicos estruturais.

As curvas de gresificação da mistura LVAMSL para as diferentes concentrações de LV, são mostradas nas Figuras 15.16-(a-c). Se observa que para todas as concentrações os valores de AA são inferiores a 25 %, com exceção da concentração de LV de 75 % em peso, como recomenda a norma NBR 6113 e 6220 para materiais estruturais.





Figura 5.16. Variação da AA e da RLT das misturas LVAMSL prensadas, em função da temperatura de queima para teores de LV adicionada de: a) 5 a 25 %-p de LV; b) 35 a 50 %-p de LV; c) 50 a 75 %-p.

Os valores de RLT, observados nas respectivas curvas de gresificação variam entre 0,5 e 11% para as temperaturas de 750 e 1050 °C. Já no intervalo a 950 °C, temperatura característica de cocção de materiais cerâmicos estruturais, o valor da RLT varia entre 3 e 5 %, com TRF superiores a 7 MPa. No intervalo de concentração de 5 a 65 % em peso de LV, valores obtidos também são superiores aos estabelecidos pelas normas.

Outro aspecto que se deve destacar é o aumento progressivo da RLT das massas estudadas à medida que aumenta a temperatura e a concentração de LV, o que indica um aumento da sinterização das massas. Este fato pode estar associado à formação de fase líquida, devido ao aumento da temperatura e à presença de quartzo na argila ASLO que proporciona ao corpo cerâmico uma boa estabilidade dimensional.

5.2.4 Características cerâmicas das misturas LVAMSL extrudadas

Para o estudo da mistura LVAMSL (mistura de LV + AMO + ASLO) mediante o processo de extrusão, foi levado em consideração o comportamento cerâmico das amostras conformadas por prensagem. Como a argila AMO é bem mais plástica que a argila ASLO, não foi possível a produção de bons corpos de prova durante o processamento por extrusão de misturas de LV + argila AMO. A mistura com a argila menos plástica ASLO foi a solução para o processamento dos corpos de prova conformados por extrusão.

Com o objetivo de adicionar elevados teores de LV, que possibilitem um elevado uso deste resíduo, foi preparada uma mistura das argilas na proporção 2 partes de AMO para 3 partes de ASLO, com o auxílio do diagrama de Winkler, com teores de LV de 45, 50 e 65 %-p.

Antes da extrusão das composições selecionadas, foram avaliados os limites de Atterberg (LP, LL, IP), os quais são apresentados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 – Limites de Atterberg das misturas (LVAMSL)						
Determinação	Amostra					
	45% de LV	50% de LV	65% de LV			
LL (%)	47,0	45,0	37,2			
LP (%)	_P (%) 29,36 28,8		27,71			
IP (%)	17,64	16,15	9,49			

Tabela 5.7 - Limitos do Attorbora dos misturos (L)/AMOL

Relembrando que o LP indica a quantidade de água necessária para alcançar uma consistência plástica e, conseqüentemente, a capacidade para moldagem por extrusão. O LL indica a quantidade de água acima da qual uma matéria-prima argilosa não apresenta mais uma consistência plástica e passa a se comportar como líquido. Por fim, o índice de plasticidade (IP) indica a faixa de consistência plástica de uma matéria-prima argilosa. Este índice é obtido por meio da subtração entre o LL e LP.

As pastas com 45 e 50 %-p de LV, apresentaram bom comportamento durante a extrusão. Entretanto para a mistura com 65 %-p de LV, foi necessário um maior controle na adição de água e na preparação da massa. Pode-se observar que para a composição de 65 %-p de LV, o valor do IP é de 9,49 %, valor fora da faixa de valores de 10 a 20 % recomendados pela literatura [57].

A Figura 5.17, mostra os corpos de prova extrudados e a Figura 5.18, o comportamento da retração linear de secagem (RLsec) para os materiais extrudados a verde, após secagem ao ar durante 24 h, em estufa com circulação de ar forçado 110 °C. Pode-se observar na Figura 4.18 que a TRF das três composições estudadas por extrusão, são superiores a 3 MPa. Estes valores da TRF para os corpos de prova a verde estão de acordo com as normas NBR 6113 – 6220, e garantindo uma boa manipulação dos mesmos, apesar de esta propriedade diminuir com o incremento de LV adicionada.



Figura 5.17. a) Extrusora de hélices propulsoras; (b) Corpos de prova extrudados das misturas LVAMSL.



Figura 5.18. Comportamento da TRF e da RLsec da mistura LVAMSL extrudada, em função do teor de LV após secagem em estufa a 110 °C 24 h.

O resultado da queima dos corpos de prova a 750, 850, 950 e 1050 °C é mostrado na Tabela 5.8.

Para a concentração de LV de 45 %-p observa-se um aumento da TRF e diminuição AA, à medida que aumenta a temperatura enquanto que a AA diminui continuamente, à medida que aumenta a concentração de LV. A diminuição da RLq com a temperatura indica um aumento da sinterização dos materiais obtidos em função do aumento da temperatura.

Todos os materiais obtidos apresentam valores de TRF e AA superiores aos recomendados pelas normas brasileiras para a fabricação de materiais cerâmicos estruturais.

Na tabela 5.8 também se pode observar, que a TRF diminui à medida que aumenta o teor de LV adicionado à mistura de argilas, comportamento já observado nos materiais obtidos por prensagem, com exceção do valor da TRF para a concentração de 65 %-p de LV tratada termicamente a 1050 °C.

Dreavie de de	% em peso de LV adicionada							
Propriedade	45	45 50						
750 °C / 1 h								
TRF (MPa)	8,32 ± 0,35	5,77 ± 0,18	4,70 ± 0,41					
AA (%)	16,16 ± 0,66	19,11 ± 0,72	17,93 ± 0,05					
PA (%)	$25,48 \pm 0,92$	29,11 ± 0,97	$27,47 \pm 0,10$					
RLq (%)	$4,70 \pm 0,23$	$5,46 \pm 0,27$	$3,28 \pm 0,22$					
850 °C / 1 h								
TRF (MPa)	20,38 ± 0,35	15,13 ± 0,47	14,96 ± 0,35					
AA (%)	8,57 ± 1,11	7,71 ± 0,43	11,37 ± 0,35					
PA (%)	12,27 ± 0,83	$12,60 \pm 0,75$	18,61 ± 1,37					
RLq (%)	9,57 ± 0,12	$10,79 \pm 0,74$	$8,04 \pm 0,36$					
950 °C / 1 h								
TRF (MPa)	22,23 ± 1,80	18,66 ± 1,16	17,38 ± 0,25					
AA (%)	$3,82 \pm 0,39$	$5,92 \pm 0,04$	11,37 ± 0,54					
PA (%)	6,17 ± 0,23	$8,97 \pm 0,95$	$17,24 \pm 0,86$					
RLq (%)	11,72 ± 0,52	11,10 ± 0,26	8,51 ± 0,68					
1050 °C / 1 h								
TRF (MPa)	24,75 ± 1,39	11,72 ± 0,63	19,33 ± 1,11					
AA (%)	$2,34 \pm 0,48$	5,18 ± 0,30	$5,24 \pm 0,63$					
PA (%)	5,73 ± 0,79	$8,10 \pm 0,47$	$7,42 \pm 0,96$					
RLq (%)	11,70 ± 0,57	$11,46 \pm 0,43$	11,88 ± 0,91					

Tabelas 5.8 – Características cerâmicas das mistura LVAMSL após queima

5.3 Mineralogia e microestrutura das misturas LVAMSL extrudadas

A Figura 5.19 (a-b) mostra a micrografia obtida por MEV da região de fratura da mistura com incorporação de 50 % em peso de LV e queimada a 950° C.

LVAMSL (1:1) - 950 °C/1 h



Figura 5.19. Micrografias obtidas por MEV nos modos eletrosecundários e retroespalhados na região de fratura da mistura com incorporação de 50 % em peso de LV, extrudada e queimada a 950° C: a) Mistura LVAMSL (1:1) 1000X.; b) Mistura LVAMSL (1:1) 4000X.

Na micrografia para baixo aumento (Figura 5.19-a), pode-se observar que a amostra apresenta uma grande quantidade de poros de tamanho inferior a 10 μ m, o que se confirma a maiores aumentos (Figura 5.19-b), onde se vê que a microestrutura é formada por uma fase constituída por pequenos grãos interconectados e uma outra fase formada por poros, ambas de tamanho inferior a 2 μ m. Esta grande quantidade de poros, provavelmente resultante da liberação de

gases durante a decomposição da H₂O, FeOOH e Al(OH)₃, presentes na argila e na LV, pode explicar a diminuição da TRF para as composições com teor de LV superiores a 45 %-p.

Uma análise por EDS dos pós resultantes da moagem das amostras da mistura LVAMSL com 50 %-p de LV, tratadas termicamente a 750 °C e 1050 °C é mostrada na Tabela 4.9 e suas micrografias na Figura 5.20-(a-d).



Figura 5.20. Micrografias obtidas por MEV nos modos eletrosecundários e retroespalhados do pó da mistura LVAMSL (1:1) com incorporação de 50 %-p de LV, extrudada tratada termicamente a: a) 750 °C/1 h – 2000X; b) 950 °C/1 h - 4000X.

As micrografias revelam fragmentos de material maiores que 2,5 μ m, para ambas as composições, não se detecta a presença de fase líquida, mesmo a temperaturas de 1050 °C, o que permite afirmar que o mecanismo de sinterização até 1050 °C ocorre por reação em estado sólido. A análise por EDS, revela, que ambos os materiais apresentam uma composição semelhante como se deveria esperar, com a presença de Fe₂O₃, SiO₂, Al₂O₃ em maior quantidade e em menor proporção K₂O, TiO₂ e CaO.

Tabela 5.9 – Microanálise por EDS das misturas						
LVAMSL com 50 % de LV extrudadas						
Determinação (%-p) 750 °C / 1 h 1050 °C / 1 h						
SiO ₂	38,87	38,88				
Fe ₂ O ₃	35,02	36,08				
Al_2O_3	16,15	18,20				
TiO ₂	4,65	4,26				
CaO	3,49	2,36				
K ₂ O	1,82	0,21				

A identificação das fases minerais presentes no material tratado termicamente a 1050 °C (Figura 5.21) revela a presença de quartzo, hematita, plaglioclasio e clinopiroxenio. É importante lembrar que a fase mineral plaglioclasio representa uma família de soluções sólidas de um grupo de minerais que possuem a fórmula geral (Ca,Na)AI(AI,Si)Si₂O₈ entre os quais o mais conhecido é a: albita. Já o clinopiroxenio de fórmula geral (Mg, Fe, Ca)(Mg,Fe)Si₂O₆ cujos representantes mais conhecidos são diosídio, o espomudeno e a pigeonita. Todas estas fases são feldspatóides, ou seja, materiais fundentes, o que explica o porquê não foi possível produzir estes materiais a temperaturas superiores a 1050 °C, uma vez que as mesmas fundiram.



Figura 5.21. Difração de Raios da mistura LVAMSL (1:1) extrudada e tratada termicamente a 1050 °C/ 1 h: P = Plaglioclasio; Q = Quartzo; H = Hematita; CI = Clinopiroxenio.

5.4 Avaliação das amostras extrudadas LVAMSL por lixiviação e solubilização

Após processamento e queima dos materiais extrudados, foram selecionadas seis amostras para a realização do estudo de lixiviação e solubilização, de acordo com a norma NBR 10004 [50]. Uma das razões para este estudo é que a LV é um resíduo classificado segundo a norma NBR 10004, como perigoso. Por esta razão, para verificar a possibilidade da utilização deste resíduo na fabricação de novos produtos, torna-se necessária a imobilização de metais pesados presentes na sua composição para sua classificação como material inerte, segundo as normas ambientais.

Nos ensaios de lixiviação e solubilidade, foram tratadas seis amostras (1 kg de cada) como mostra a Tabela 5.10.

Temperatura (ºC)	% de LV em peso		
	45	65	
750	A1	A4	
850	A2	A5	
1050	A3	A6	

Tabela 5.10 – Codificação das amostras LVAMSL para o ensaio de lixiviação e solubilização

O resultado do estudo de lixiviação das amostras da mistura LVAMSL se apresenta na Tabela 5.11.

O resultado do ensaio de lixiviação, NBR – 10005/04 [58], mostra que os valores obtidos após o ensaio para as amostras estudadas estão dentro dos limites recomendados pela norma NBR – 10004/04.

Tabela 5.11 – Resultado do ensaio de lixiviação da mistura LVAMSL extrudada							
Elemento	A1	A2	A3	A4	A5	A6	Limite*
Cádmio (mg/L)	0,04	0,03	0,02	0,03	0,02	0,02	0,5
Chumbo (mg/L)	0,42	0,17	0,14	0,17	0,14	0,10	1,0
Cromo total (mg/L)	0,54	0,06	< 0,02	1,08	0,46	0,03	5,0
pH a 25 ⁰C	5,38	5,01	4,96	6,02	5,18	4,97	N.E.

* Norma NBR 10004/04

O resultado da análise do ensaio de solubilização segundo a NBR 10006/04 [59] das misturas de LVAMSL (Tabela 5.10) é mostrado na Tabela 5.12.

Com os resultados obtidos, observa-se que a solubilidade do material diminui com o aumento da temperatura de queima, fazendo com que a mistura argila-lama se torne inerte.

	45 % em peso de LV			65 %			
Elemento	750 °C	850 °C	1050 °C	750 °C	850 °C	1050 °C	Limite*
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	
Alumínio (mg/L)	13,00	5,00	0,37	29,00	8,00	2,23	0,20
Cádmio (mg/L)	0,04	0,04	0,04	0,03	0,03	0,10	0,005
Chumbo (mg/L)	0,03	0,02	0,02	0,03	0,02	0,01	0,01
Cobre (mg/L)	0,02	0,02	0,02	0,03	0,02	0,01	2,00
Cromo total (mg/L)	0,89	0,15	< 0,02	2,56	1,01	0,03	0,05
Ferro (mg/L)	1,24	0,24	0,06	1,48	0,53	0,14	0,30
Sódio (mg/L)	121,40	53,20	14,10	230,10	96,30	18,70	200
Zinco (mg/L)	0,04	0,09	0,06	0,04	0,07	0,06	5,0
pH a 25 ⁰C	9,40	8,40	7,49	10,12	8,80	8,07	6,0 a 9,5

Tabela 5.12 - Resultado do ensaio de solubilização da mistura LVAMSL

* Norma NBR 10004/04

Isso é comprovado pelos resultados apresentados pelas composições tratadas termicamente a 1050 °C que apresentam menores quantidades de cromo, cobre e zinco do que o estabelecido por norma, com exceção do alumínio, chumbo e cádmio. Já a amostra queimada a 750 °C apresenta valores altos de alumínio, cádmio, cromo e ferro, enquanto que a amostra tratada a 950 °C, apresenta alumínio, cromo, cádmio e chumbo em quantidades maiores que o limite aceito. É importante observar que os elevados valores de solubilização para o AI e o Fe se justificam uma vez que estes elementos estão presentes na argila e na LV em quantidades elevadas sendo constituintes naturais destas matérias primas. Desta forma, seu teor acima do limite estipulado por norma é questionável do ponto de vista de problemas ambientais. Já para os elementos chumbo, cádmio e cromo presentes nos materiais obtidos a 750 e 850 °C torna-se necessário o aumento do tempo ou da temperatura de cocção para sua imobilização. Outro aspecto que merece especial atenção é a presença de sódio dentro dos limites estabelecidos por norma em ambos os ensaios.

6 CONCLUSÕES

O estudo do comportamento térmico da LV mostrou que este material não apresenta alterações significativas em suas dimensões no intervalo de temperatura de 750-950 °C, contraindo aproximadamente 10 % até 1200 °C, e fundindo completamente à temperatura 1350 °C.

O estudo da evolução das fases com a temperatura por DRX mostrou que entre 750-950 °C as fases minerais cristalinas dominantes presentes na LV são hematita e sodalita e que entre 750-1150 °C ocorre uma série de reações com a formação de fases intermediárias que dão lugar a formação de fases do tipo feldspatóide como a nefelina.

Os dados das características cerâmicas da **lama vermelha pura (LV0)** mostraram que a sua utilização na produção de corpos cerâmicos só é possível mediante a queima em temperaturas superiores a 1100 °C para materiais prensados.

A caracterização da argila AM0 mostrou que esta matéria prima apresenta uma elevada plasticidade devido ao seu pequeno tamanho de partícula, e que está constituída pelas fases minerais (detectadas no difratograma): Caolinita e Quartzo, e Anatásio, com cor de queima creme. A determinação das características cerâmicas mostrou que este material apresenta elevada RL (~17,07 %) após queima e com valores elevados de TRF (~24,20 MPa) após queima a 1150 °C.

O resultado dos ensaios de caracterização da argila ASL0 mostrou que esta argila apresenta baixa plasticidade, com elevada quantidade de quartzo na sua composição, apresentando elevado tamanho de partícula. As fases minerais identificadas por DRX na sua composição foram: Caolinita, Quartzo e Hematita com pequenas quantidades de feldspatos. A determinação das propriedades cerâmicas revelou que esta argila apresenta cor de queima alaranjada, e que a TRF, a RL e AA, apresentam menores desempenhos quanto aos da argila AM0 tomando como referência os valores estabelecidos pelas normas NBR 6113 e 6220 para tijolos

maciços (TRF: 2,0 MPa – AA: não especificada), tijolos furados (TRF: 5,5 MPa – AA: 25,0 %) e telhas (TRF: 6,5 MPa – AA: 20,0 %).

A análise das variáveis de processamento cerâmico das misturas LVAM prensadas e processadas na temperatura de queima de 750 °C revelou bons resultados para teores menores e iguais a 25 %-p de LV.

Para concentrações de LV entre 5 e 45 %-p, na mistura prensada LVAM, no intervalo de temperatura de 850-1050 os valores de TRF e AA determinados, foram superiores aos estabelecidos pelas normas NBR 6113 e 6220, podendo ser estas composições uma alternativa econômica e interessante para a fabricação de materiais estruturais.

A mistura LVASL apesar de apresentar menor desempenho quanto as propriedades cerâmicas (TRF, AA), quando comparada à mistura LVAM tomando-se como referência o estabelecido pelas normas NBR 6113 e 6220, a avaliação das propriedades cerâmicas possibilitou adições de até 55 %-p de LV a temperaturas de 950 a 1.050 °C com TRF superior a 4 MPa.

A mistura de ambas as argilas com LV (LVAMSL) permitiu obter materiais prensados com boas características cerâmicas até teores de 65 %-p de LV, mediante queima a temperaturas 950 a 1.050 °C com TRF superior a 3 MPa.

As misturas de LV com as argilas AM, ASL e AMSL proporcionou a obtenção de materiais com diferentes tonalidades, o que pode ser utilizado para se obter materiais com boa aparência após queima.

O resultado das medidas das propriedades cerâmicas da mistura LVAM extrudada, mostrou que é possível obter corpos cerâmicos estruturais por extrusão com esta argila, com valores destas propriedades superiores aos estabelecidos em norma. Entretanto, devido a sua alta plasticidade houve muita dificuldade em se extrudar a massa e controlar os produtos após extrusão.

Os resultados obtidos mediante o estudo das variáveis de processamento cerâmico das três composições da mistura LVAMSL (45, 50 e 65%), indicam que após 24 h de secagem os corpos apresentam boas condições de manuseabilidade, apresentando tensão de ruptura a flexão em três pontos em torno de 4 MPa.

Foi possível observar que concentrações entre 35 – 55 %-p de LV diminuem as propriedades cerâmicas do material, porém os valores alcançados são superiores aos exigidos por norma.

Foi observada por MEV a ausência de fase líquida nas amostras do material analisado (mistura LVAMSL – extrudada), o que indica que a sinterização no intervalo de temperatura de queima das mesmas se dá em estado sólido.

Com exceção da mistura LVAMSL extrudada com teor de 50 e 65% em peso de LV processada termicamente a 750 °C, todas as outras misturas tratadas às temperaturas de 850, 950 e 1.050 °C apresentaram resultados compatíveis ou superiores aos das normas NBR – 6113 e 6220 [48,49], para produção de materiais cerâmicos estruturais.

O ensaio de lixiviação dos materiais extrudados LVAMSL realizado de acordo com a norma NBR 10005/04 mostrou que os materiais produzidos estão dentro dos limites estabelecidos pela norma.

O resultado do ensaio de solubilização realizado de acordo com a norma NBR 10006/04 mostrou que à medida que aumenta a temperatura, a solubilidade dos elementos presentes nos matérias obtidos diminui, estando dentro dos limites estabelecidos por norma apenas as composições tratadas termicamente a 1050 °C. Para as outras composições os elementos cádmio, chumbo, alumínio, ferro e cromo, apresentaram concentrações superiores às estabelecidas por norma, o que classifica os materiais produzidos como não inertes classe II – A.

Este resultado permitiu concluir que é necessário aumentar o tempo de queima para as temperaturas inferiores a 1050 °C como forma de imobilizar os elementos pesados presentes. Entretanto, o alumínio e o ferro se justificam por estarem em elevadas concentrações na composição natural das argilas e da LV.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar por dilatometria e DRX *in situ* a alta teperatura a região de concentrações de 45-65 %-p para se determinar com precisão as causas da diminuição das propriedades mecânicas.

Analisar a composição de material extrudado e tratado termicamente a 950 °C/1 h, de acordo com as normas NBR 10005 e 10006, para determinar a presença de elementos pesados.

Estudar as propriedades cerâmicas das misturas com elevados teores de LV com tempos maiores de cocção (2 – 3 h) às temperaturas de 750, 850 e 950 °C, realizando ensaios de lixiviação e solubilidade.

Aplicar os resultados obtidos neste trabalho de forma a ampliar as escalas para planta piloto e/ou industrial, ou realizando-se ensaios numa pequena indústria da região que permita o acompanhamento e monitoramento dos materiais produzidos.

REFERÊNCIAS

[1] MONFORT, E.; ENRIQUE, J. E. **Economia energética e vantagens meio ambientais da reutilização de resíduos**. Cerâmica Industrial, São Paulo, 1 (4-5), pP.14-20 (1996).

[2] KUMAR, S.; KUMAR, R. e BANDOPADHYAY, A. "Innovative methodologies for the utilization of wastes from metallurgical and allied industries. Resources, Conservation and Recycling" 48 (4), pp. 301-314 (2006).

[3] MENEZES, R. R.; GELMIRES, de A. N. e HEBER, C. F. O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas. Rev. Bras. de Eng. Agrí. e Amb., 6 (2), pp.303-313 (2002).

[4] HIND, A. R.; Bhargava S. K. e Grocott S. C. "**The surface chemistry of Bayer process solids: review**". Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 146 (1-3), pp. 359-374 (1999).

[5] RED MUD PROJECT. "**Red Mud – applications**". Disponível em: < http:// www.redmud.org/Applications.html >, acesso em: 15/02/2008.

[6] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO - ABAL. **Indústria: estatísticas**. Disponível em: < http://www.abal.org.br/industria/estatisticas_totalalupri.asp?cmb Ano=2007&btListar=Buscar >, acesso em: 17/02/2008.

[7] SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia das argilas**. Edgard Blücher, São Paulo - SP, 1989, 2^a ed., v. 1, p. 499, cap.10.

[8] ULLMANN'S ENCYCLOPEDIA - Industrial Inorganic Chemicals and Products, Willey-VCH: Weinheim, 1998, vol. 1, 25-83.

[9] PARAMGURU, R. K.; RATH, P. C. e MISRA, V. N. "Trends in red mud utilization: a review" Mineral Processing and Extractive Metall. Rev., 26, pp 1-29 (2005).

[10] BARNES, M. C.; ADDAI-MENSAH, J. e GERSON, A. R. "**The solubility of sodalite and cancrinite in synthetic spend of Bayer liquor**" Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 157, pp. 101–116 (1999).

[11] BARNES, M. C.; ADDAI-MENSAH, J. e GERSON, A. R."**The mechanism of the sodalite-to-cancrinite phase transformation in synthetic spent Bayer liquor**" Microporous and Mesoporous Materials 31, pp. 287–302(1999).

[12] SGLAVO, V. M.; CAMPOSTRINI, R., et al. "Bauxite `red mud' in the ceramic industry. Part 1: thermal behaviour" J. Eur. Ceram. Soc. 20 (2000) 235-244.

[13] GLENISTER, D.; SMIRK, D.; PISKERSGIL, G. "**Bauxite residue – development of a resource**" - Proceedings of An international bauxite tailings workshop 2-6 de novembro de 1992: pp. 301-308.

[14] THAKUR, R. S. and SANT, B. R., "**Utilization of red mud**" - J. Sci. Industr. Res. 33 (1) pp. 403-416 (1974).

[15] SINGH, M.; UPADHAYAY, S. N. e PRASAD, P. M., "**Preparation of Iron Rich Cement Using Red Mud**" Cement and Concrete Research, 27,(7), pp. 1037-1046 (1997).

[16] SINGH, M.; UPADHAYAY, S. N. e PRASAD, P. M., "**Preparation of special cements from red mud**" Waste Management, 16,(8), pp. 665-670 (1996).

[17] IKEDA, K. "A new type of pozzolanic cement utilizing red mud and fly ash". Em: Proc. 8th Int. Congr. on Chemistry of Cements 1986. Vol 6. Rio de Janeiro pp 389-394.

[18] WAHG, A. S. e DOUSE, E. V. "Silicate bonded unsintered ceramics of Bayer process waste" J. Mater. Res., 6 (5), pp. 1094-1102 (1991).

[19] PINNOCK, W. R. e GORDON, J. N. "Assessment of strenght development in Bayer process residues". J. Material Science, 27 pp. 692-696 (1992).

[20] GORDON, J. N.; PINNOCK, W. R. e MOORE, M. M. "Preliminary investigation of strengt development in Jamaican red mud composites". Cement and Concrete Composites, 18, pp. 371-379 (1996).

[21] BRUNORI, C.; CREMISINI, C.; MASSANISSO, P.; PINTO, V., e TORRICELLI, L. "Reuse of a treated red mud bauxite waste: studies on environmental compatibility". Journal of Hazardous Materials, 117 (1), pp. 55-63 (2005).

[22] CICCU, R.; GHIANI, M.; SERCI, A.; FADDA, S.; PERETTI, R. e ZUCCA, A. "Heavy metal immobilization in the mining-contaminated soils using various industrial wastes" Minerals Engineering, 16 (3), pp. 187-192 (2003).

[23] LOMBI, E.; ZHAO, F.J.; ZHANG, G.; SUN, B.; FITZ, W.; ZHANG, H. e MCGRATH S. P. "In situ fixation of metals in soils using bauxite residue: chemical assessment" Environmental Pollution, 118 (3), pp. 435-443 (2002).

[24] PENG, F.; LIANG K. M.; SHAO, H. e HU, A-M, "Nano-crystal glass-ceramics obtained by crystallization of vitrified red mud" Chemosphere, 59,(6), pp. 899-903, (2005).

[25] YANG, J.; ZHANG, D.; HOU, J.; HE, B. e XIAO, B. "**Preparation of glass-ceramics from red mud in the aluminium industries**", Ceramics International, em imprenta (2006).

[26] EROL, M.; KÜÇÜKBAYRAK, S. e ERSOY-MERIÇBOYU. "A Production of glass-ceramics obtained from industrial wastes by means of controlled nucleation and crystallization". Chemical Engineering Journal, *Em imprenta:* (2007).

[27] SANTOS, I. M. G. et al. Efeito de adição de rejeito na redução de coração negro em cerâmica vermelha. Cerâmica 51, pp. 144-150 (2004).

[28] ACCHAR, W. "Using marble and granite rejects to enhance the processing of clay products", Applied Clay Science 30, pp. 42-52 (2005).

[29] MONTEIRO, S. N. et al, "**Incorparation of granite waste in red ceramics**". Materials Science Engeneering A, 373, pp. 115-121 (2004).

[30] VIEIRA, C. M. F. e MONTEIRO, S. N. "Solid state sintering of red ceramics at lower temperatures". Ceramic International, 30, pp. 381-387 (2004).

[31] SOUZA, G. P. e HOLANDA, J. N. F. "**Densification behavior of petroleum** waste bearing clay-based ceramic bodies", Ceramics International, 30 (1), pp. 99-104 (2004).

[32] PONTIKES, Y.; ESPOSITO, L.; TUCCI, A. e ANGELOPOULOS, G.N. "Thermal behaviour of clays for traditional ceramics with soda–lime–silica waste glass admixture". Journal of the European Ceramic Society, 27(2-3), pp.1657-1663 (2007).

[33] TAUBER, E.; HILL, R. K.; CROOK, D. N. e MURRAY, M. J. "**Red mud residues** from alumina production as raw material for heavy clay products". J. Austral. Ceram. Soc. 7 (1), pp. 12-17 (1971).

[34] PUSKAS, F. "Possibilities for the utilization of red mud from alumina refineries". IBA Rev., 10 (3), pp. 25-27 (1985).

[35] KNIGHT, J. C.; WAGH ARUN, S. e REID, W. A. "**The mechanical properties of ceramics from bauxite waste**" Journal of Materials Science, 21 (6), pp. 2179-2184 (1986).

[36] MOYA, J.S.; MORALES, F. e GARCÍA VERDUCH, A. "**Utilización cerámica de los barros rojos de las plantas de alúmina**" Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio., 26, pp. 21-29 (1987).

[37] MORALES, F.; MOYA, J. S. e DE AZA, S. "Obtención de ladrillos densos a partir de Barros Rojos, subproducto de las plantas de alúmina" Actas II del VIII Congreso-Exposición Argentino y II iberoamericano de Cerámica, Vidrio y Refractarios. Buenos Aires 14-18 de noviembre de 1988: pp. 117-121.

[38] RODRÍGUEZ PÉREZ, G. A.; GUITIÁN RIVERA, F. e DE AZA, S. "Obtención industrial de materiales cerámicos a partir de lodos rojos del proceso Bayer". Boletim da Sociedade Espanhola de Cerámica y Vidrio., 38 (3) pp. 220-226 (1999).

[39] SGLAVO, V. M. et al. "Bauxite `red mud' in the ceramic industry. Part 2: production of clay-based ceramics". Journal of the European Ceramic Society 20, pp. 245-252 (2000).

[40] TANER KAVAS, "Use of boron waste as a fluxing agent in production of red mud brick" Building and Environment 41 (12), pp. 1779–1783 (2006).

[41] PONTIKES, Y.; NIKOLOPOULOS, P. e ANGELOPOULOS, G. N. "Thermal behaviour of clay mixtures with bauxite residue for the production of heavyclay ceramics". Journal of the European Ceramic Society 27 (2-3), pp.1645–1649 (2007). [42] BLACKBURN, S. e LAWSON, T. A. "Mullite-alumina composite by extrusion", J. Am. Ceram. Soc., n. 75 (4), pp. 953-57(1992).

[43] RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, A. A. L. e LABRINCHA, J. A. Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas. Cerâmica Industrial, 8 (1), pp. 37-42 (2003).

[44] GOODSON. **Apostila de processamento cerâmico**. Universidade Simon Bolívar, Caracas, 1989.

[45] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. Determinação do limite de plasticidade, NBR – 7180/84. Rio de Janeiro (1984).

[46] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. Solo - Determinação do limite de liquidez, NBR – 6459/84. Rio de Janeiro (1984).

[47] VIEIRA, Carlos M. F.; FEITOSA, Hygina S.; e MONTEIRO, Sérgio N. Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através da curva de Bigot. Cerâmica Industrial, 8 (1), p. 42-46, Jan./Fev., 2003.

[48] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 6113: Materiais refratários densos conformados - Determinação da resistência à flexão à temperatura ambiente. Rio de Janeiro – RJ, 1997.

[49] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 6220: Determinação da densidade aparente, porosidade aparente e absorção de água. Rio de Janeiro – RJ, 1997.

[50] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 10004: Resíduos sólidos - classificação**. Rio de Janeiro – RJ, 2004.

[51] BROWN, W. E.; DOLLIMORE, D. e GALWEY, A. K. "Reactions in the solid state: chemical kinetics". Vol, 22, C. H. Bamford e C. F. H. Tipper Editors, Elsevier Scientific Publishing Company, New York (1980) 136.

[52] RIVAS MERCURY, J. M.; PENA, P.; DE AZA, A. H.; SHEPTYAKOV, D. e TURRILLAS, X. Jor. Am. Ceram. Soc., **89**, 12, (2006) 3728.
[53] RIVAS MERCURY, J. M.; MORAES, E. C.; MONTEIRO, C. M. Caracterização de corpos cerâmicos de uma mistura de argila, tijolos refratários e lama vermelha parte 1: um estudo preliminar. Principa, 5, n. 9, 2001, p. 53-56.

[54] REED, J. "**Principles of Ceramic Processing**". 2^{nd.} edition, John Wiley and sons, (1995).

[55] TODOR, D. N. "**Thermal of mineral analysis**". 1^a ed., Abacus Press, Bucharest Rumania (1976) 105.

[56] NASCIMENTO, R. R. Utilização de agregados de argila calcinada em pavimentação: uma alternativa para o estado do Acre. Rio de Janeiro – RJ, 2005, cap. 2, p.23.

[57] MACEDO, R.S.; BARBOZA, K.R.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C. Anais do 48° Congresso Brasileiro de Cerâmica. Curitiba - PR, 2004.

[58] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 10005: Procedimentos para obtenção de extrato lixiviado de resíduo sólido. Rio de Janeiro – RJ, 2004.

[59] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR 10006: Procedimentos para obtenção de extrato solubilizado de resíduo sólido. Rio de Janeiro – RJ, 2004. APÊNDICES

APÊNDICE A – Valores médios e características das propriedades cerâmicas do resíduo LV0, avaliados a partir dos cp's produzidos por prensagem, para cada temperatura de estudo.

	Propriedades cerâmicas dos cp's prensados de LV após queima											
T (º C)	RL(%)	T.R.F. (MPa)	M.E.A. (g/cm ³)	AA (%)	PA (%)	Cor						
750	0,72 ± 0,08	1,48 ± 0,14	1,39 ± 0,03	37,25 ± 0,93	55,27 ± 1,23	Vermelho claro						
850	1,02 ± 0,13	1,73 ± 0,51	1,43 ± 0,03	37,57 ± 0,08	56,08 ± 2,00	Vermelho						
950	1,81 ± 0,23	2,34 ± 0,07	1,44 ± 0,04	33,00 ± 0,09	51,38 ± 2,06	Vermelho escuro						
1.050	4,41 ± 0,32	3,44 ± 0,58	1,52 ± 0,02	32,62 ± 0,52	47,11 ± 1,09	Marrom						
1.150	8,42 ± 0,94	8,38 ± 0,74	1,75 ± 0,03	25,74 ± 0,65	36,89 ± 1,77	Marrom escuro						

APÊNDICE B – Valores médios e características das propriedades cerâmicas das argilas AMO e ASLO, avaliadas a partir dos cp's produzidos por prensagem, para cada temperatura de estudo.

Propriedades cerâmicas dos cp's prensados da argila AMO após queima											
T (º C)	RL (%)	T.R.F. (MPa)	M.E.A. (g/cm ³)	AA (%)	PA (%)	Cor					
850	3,14 ± 0,25	3,70 ± 0,40	1,36 ± 0,10	32,67 ± 1,29	52,80 ± 1,17	Creme					
950	5,14 ± 0,44	4,20 ± 0,40	1,42 ± 0,11	31,44 ± 1,29	50,28 ± 1,36	Creme					
1.050	6,21 ± 0,27	7,00 ± 0,40	1,51 ± 0,02	27,46 ± 0,04	43,95 ± 1,27	Creme					
1.150	17,07 ± 0,29	24,20 ± 3,20	2,06 ± 0,09	9,81 ± 1,62	15,76 ± 1,98	Creme					

Propriedades cerâmicas dos cp's prensados da argila ASL0 após queima

T (º C)	RL(%)	T.R.F. (MPa)	M.E.A. (g/cm ³)	AA(%)	PA (%)	Cor
850	0,10 ± 0,06	1,20 ± 0,10	1,78 ± 0,02	18,17 ± 1,22	28,94 ± 2,00	Vermelho
950	0,26 ± 0,05	1,90 ± 0,40	1,78 ± 0,04	18,66 ± 2,00	22,40 ± 3,00	Vermelho
1.050	0,93 ± 0,21	2,00 ± 0,50	1,81 ± 0,06	17,51 ± 3,13	28,00 ± 4,67	Vermelho
1.150	2,36 ± 0,64	4,10 ± 0,30	1,91 ± 0,02	14,24 ± 1,44	20,85 ± 1,28	Vermelho

Tabela 1 – Retração Linear Total (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AM.

	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso										
T (ºC)	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%			
750	2,21 ± 0,03	2,05 ± 0,05	1,85 ± 0,08	1,45 ± 0,05	1,16 ± 0,04	0,77 ± 0,03	0,56 ± 0,00	0,43 ± 0,00			
850	3,15 ± 0,10	3,25 ± 0,03	4,14 ± 0,15	5,25 ± 0,17	4,99 ± 0,21	5,58 ± 0,11	5,78 ± 0,23	4,97 ± 0,16			
950	4,62 ± 0,09	5,59 ± 0,15	7,56 ± 0,25	8,68 ± 0,30	9,81 ± 0,43	8,83 ± 0,31	7,24 ± 0,09	6,03 ± 0,04			
1.050	6,12 ± 0,19	7,76 ± 0,27	12,12 ± 0,34	15,75 ± 0,19	18,71 ± 0,15	18,65 ± 0,24	17,47 ± 0,12	14,06 ± 0,21			

T (ºC)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso									
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%		
750	24,48 ± 0,22	23,50 ± 0,67	25,98 ± 0,64	26,88 ± 1,15	29,04 ± 0,92	30,08 ± 1,28	30,79 ± 0,91	32,66 ± 0,96		
850	22,54 ± 0,45	22,57 ± 0,87	21,50 ± 0,41	22,64 ± 0,76	22,55 ± 0,80	22,64 ± 0,80	23,88 ± 0,52	27,85 ± 1,03		
950	21,38 ± 0,41	19,36 ± 0,91	16,63 ± 0,77	14,63 ± 0,53	14,29 ± 0,26	18,01 ± 0,81	22,65 ± 0,96	25,76 ± 0,74		
1.050	18,39 ± 0,33	16,90 ± 0,82	12,75 ± 0,45	6,93 ± 0,22	2,67 ± 0,12	3,63 ± 0,26	4,79 ± 0,21	10,50 ± 0,46		

Tabela 3 – Porosidade Aparente (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AM.

T (⁰C)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso									
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%		
750	38,46 ± 0,25	38,00 ± 0,69	40,85 ± 0,52	42,18 ± 1,09	44,51 ± 0,82	45,78 ± 1,06	46,89 ± 0,72	48,65 ± 0,73		
850	36,82 ± 0,39	37,31 ± 0,90	36,65 ± 0,60	38,54 ± 0,74	38,94 ± 0,80	39,59 ± 0,85	41,76 ± 0,92	45,76 ± 0,93		
950	36,09 ± 0,49	34,55 ± 1,19	31,33 ± 1,04	28,65 ± 1,06	29,05 ± 0,37	34,14 ± 1,42	40,64 ± 0,95	43,96 ± 0,70		
1.050	18,39 ± 0,96	31,33 ± 1,06	25,55 ± 0,61	15,81 ± 0,46	7,03 ± 0,29	9,71 ± 0,49	12,18 ± 0,48	23,78 ± 1,08		

T (ºC)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso										
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%			
750	6,85 ± 0,11	5,66 ± 0,21	3,33 ± 0,15	2,99 ± 0,04	1,62 ± 0,09	1,10 ± 0,01	0,97 ± 0,02	0,94 ± 0,05			
850	10,52 ± 0,11	7,58 ± 0,36	7,66 ± 0,37	8,24 ± 0,39	5,62 ± 0,26	6,48 ± 0,15	4,43 ± 0,22	3,17 ± 0,04			
950	12,50 ± 0,09	14,07 ± 0,29	11,43 ± 0,20	15,01 ± 0,50	17,75 ± 0,57	12,72 ± 0,56	6,61 ± 0,22	3,64 ± 0,08			
1.050	12,41 ± 0,37	21,70 ± 1,09	21,94 ± 0,28	30,68 ± 1,11	41,53 ± 1,09	19,04 ± 0,92	20,57 ± 0,98	24,79 ± 0,13			

Tabela 4 – Tensão de Ruptura a Flexão em 3 Pontos (MPa) modificada segundo o processamento

das misturas de LV + AM.

Tabela	Tabela 1 – Retração Linear Total (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + ASL.											
	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso											
Т (ºC)	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%				
750	-0,31 ± 0,00	-0,31 ± 0,00	-0,25 ± 0,00	-0,31 ± 0,00	-0,25 ± 0,00	-0,19 ± 0,00	-0,19 ± 0,00	0,12 ± 0,00				
850	-0,44 ± 0,00	-0,13 ± 0,00	-0,13 ± 0,00	1,05 ± 0,03	1,05 ± 0,08	2,06 ± 0,07	2,03 ± 0,09	2,56 ± 0,09				
950	-0,37 ± 0,00	0,44 ± 0,00	0,99 ± 0,03	2,16 ± 0,05	2,67 ± 0,06	2,75 ± 0,00	3,06 ± 0,04	3,87 ± 0,15				
1.050	0,31 ± 0,00	1,27 ± 0,07	1,65 ± 0,07	4,13 ± 0,10	4,06 ± 0,20	4,87 ± 0,22	6,54 ± 0,27	6,95 ± 0,32				

Tabela 2 – Absorção de Água (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + ASL.

T (ºC)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso										
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%			
750	13,21 ± 0,36	13,34 ± 0,29	15,40 ± 0,51	15,05 ± 0,19	16,22 ± 0,31	18,72 ± 0,38	22,26 ± 0,73	24,93 ± 0,26			
850	13,54 ± 0,46	13,39 ± 0,26	15,03 ± 0,36	14,26 ± 0,55	14,26 ± 0,53	16,66 ± 0,30	21,20 ± 0,58	23,16 ± 0,57			
950	14,43 ± 0,47	13,47 ± 0,54	14,86 ± 0,43	12,83 ± 0,47	14,17 ± 0,46	16,29 ± 0,56	19,44 ± 0,48	21,97 ± 0,67			
1.050	12,55 ± 0,37	11,43 ± 0,54	14,94 ± 0,48	10,19 ± 0,53	11,24 ± 0,43	13,46 ± 0,53	13,34 ± 0,71	10,64 ± 0,13			

Tabela 3 – Porosidade Aparente (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + ASL.

T (ºC)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso									
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%		
750	25,96 ± 0,59	26,55 ± 0,53	29,86 ± 0,79	29,60 ± 0,27	31,45 ± 0,48	34,56 ± 0,83	39,16 ± 0,89	42,23 ± 0,27		
850	26,65 ± 0,74	26,56 ± 0,39	29,12 ± 0,54	28,52 ± 0,81	28,52 ± 1,27	32,64 ± 0,41	38,58 ± 0,68	40,92 ± 0,59		
950	27,70 ± 0,69	26,37 ± 1,12	29,09 ± 0,68	26,48 ± 0,73	28,96 ± 0,65	32,34 ± 0,71	36,76 ± 0,63	40,27 ± 0,91		
1.050	24,96 ± 0,58	23,86 ± 0,94	29,14 ± 0,73	22,31 ± 0,84	24,41 ± 0,73	28,90 ± 1,31	27,22 ± 1,30	22,60 ± 1,06		

T (⁰C)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso									
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%		
750	4,84 ± 0,07	5,73 ± 0,33	4,50 ± 0,11	6,07 ± 0,20	8,61 ± 0,16	4,96 ± 0,19	2,71 ± 0,14	1,83 ± 0,02		
850	5,61 ± 0,24	7,86 ± 0,40	6,11 ± 0,30	8,69 ± 0,30	8,69 ± 0,48	10,52 ± 0,39	3,35 ± 0,10	3,21 ± 0,17		
950	5,19 ± 0,28	6,77 ± 0,30	7,33 ± 0,34	9,35 ± 0,30	14,08 ± 0,66	10,82 ± 0,52	6,37 ± 0,31	5,61 ± 0,05		
1.050	6,50 ± 0,27	9,22 ± 0,41	7,64 ± 0,35	11,55 ± 0,19	16,60 ± 0,43	12,28 ± 0,50	16,08 ± 0,78	17,46 ± 0,93		

Tabela 4 – Tensão de Ruptura a Flexão em 3 Pontos (MPa) modificada segundo o processamento

das misturas de LV + ASL.

APÊNDICE E – Valores médios das propriedades cerâmicas da mistura LVAMSL avaliadas a partir dos cp's produzidos por prensagem, modificandose os teores de LV e as temperaturas de estudo.

Tabela 1 – Retração Linear Total (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AMSL.

Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso								
T (ºC)	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%
750	0,25 ± 0,00	0,37 ± 0,00	0,50 ± 0,00	0,50 ± 0,00	0,25 ± 0,00	0,58 ± 0,04	0,62 ± 0,00	0,25 ± 0,00
850	0,49 ± 0,03	1,09 ± 0,03	1,14 ± 0,03	3,87 ± 0,15	3,48 ± 0,08	4,61 ± 0,10	6,19 ± 0,13	3,62 ± 0,05
950	1,11 ± 0,05	2,31 ± 0,08	4,00 ± 0,14	6,68 ± 0,20	4,65 ± 0,09	5,53 ± 0,11	7,31 ± 0,07	4,95 ± 0,06
1.050	2,54 ± 0,06	4,96 ± 0,03	6,94 ± 0,09	9,67 ± 0,07	10,33 ± 0,16	6,68 ± 0,12	9,25 ± 0,28	6,47 ± 0,20

abela 2 – Absorção de Agua (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV +	AMSL.

T (⁰C)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso							
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%
750	15,83 ± 0,29	16,25 ± 0,34	18,90 ± 0,54	17,57 ± 0,34	23,20 ± 0,45	19,56 ± 0,54	21,42 ± 1,05	28,03 ± 0,68
850	16,03 ± 0,37	16,17 ± 0,22	17,42 ± 0,62	14,25 ± 0,19	19,39 ± 0,78	14,54 ± 0,49	17,50 ± 0,55	25,62 ± 0,95
950	15,84 ± 0,32	14,65 ± 0,23	13,38 ± 0,28	9,95 ± 0,32	18,67 ± 0,75	14,18 ± 0,72	14,79 ± 0,54	24,25 ± 0,81
1.050	12,54 ± 0,60	10,45 ± 0,31	8,95 ± 0,17	6,57 ± 0,34	8,93 ± 0,29	12,46 ± 0,55	10,42 ± 0,60	19,76 ± 0,32

T (⁰C)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso							
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%
750	29,26 ± 0,44	30,13 ± 0,58	33,86 ± 0,61	32,43 ± 0,48	39,15 ± 0,34	35,74 ± 0,60	38,33 ± 1,37	44,95 ± 0,59
850	29,64 ± 0,55	30,18 ± 0,30	32,15 ± 0,76	28,36 ± 0,33	36,05 ± 1,27	29,91 ± 1,24	33,53 ± 1,39	43,39 ± 1,25
950	29,53 ± 0,40	28,94 ± 1,30	26,65 ± 0,79	21,68 ± 0,53	34,78 ± 1,07	28,76 ± 1,16	30,98 ± 0,69	42,56 ± 0,79
1.050	24,97 ± 1,18	21,63 ± 0,78	19,71 ± 0,31	15,43 ± 0,67	20,44 ± 0,56	26,59 ± 0,97	24,66 ± 1,07	36,90 ± 0,41

T (ºC)	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso							
	5%	15%	25%	35%	45%	55%	65%	75%
750	4,13 ± 0,23	5,11 ± 0,40	4,88 ± 0,22	6,39 ± 0,22	1,34 ± 0,06	1,82 ± 0,05	3,74 ± 0,09	1,14 ± 0,08
850	7,42 ± 0,36	6,93 ± 0,31	7,62 ± 0,22	16,47 ± 0,79	3,66 ± 0,05	4,14 ± 0,24	8,55 ± 0,26	2,90 ± 0,11
950	8,41 ± 0,44	10,26 ± 0,42	10,84 ± 0,39	20,27 ± 0,71	6,20 ± 0,13	6,18 ± 0,17	11,48 ± 0,36	3,23 ± 0,14
1.050	10,18 ± 0,58	15,13 ± 0,51	18,63 ± 0,86	28,65 ± 1,15	18,07 ± 0,50	8,42 ± 0,41	19,03 ± 0,14	10,16 ± 0,26

Tabela 4 – Tensão de Ruptura a Flexão em 3 Pontos (MPa) modificada segundo o processamento

das misturas de LV + AMSL.

APÊNDICE F – Valores médios das propriedades cerâmicas das misturas LVAMSL avaliadas a partir dos cp's produzidos por extrusão, modificandose o teores de LV e as temperaturas de estudo.

Tabela 1 – Retração Linear (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AM							
Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em po							
Temperatura (ºC)	45%	50%	65%				
Ar Ambiente – 48h	3,57 ± 0,12	3,15 ± 0,08	3,78 ± 0,17				
110 – 24h	4,25 ± 0,13	3,95 ± 0,15	3,33 ± 0,12				
750	4,70 ± 0,12	5,38 ± 0,22	3,28 ± 0,11				
850	9,35 ± 0,44	10,69 ± 0,44	8,15 ± 0,33				
950	11,91 ± 0,39	11,18 ± 0,24	8,51 ± 0,34				
1.050	11,47 ± 0,36	11,55 ± 0,33	11,88 ± 0,46				

Tabela 2 – Absorção de Água (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AM

	Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso					
Temperatura (ºC)	45%	50%	65%			
Ar Ambiente* – 48h	-	-	-			
110* – 24h	-	-	-			
750	15,87 ± 0,53	19,11 ± 0,36	17,93 ± 0,03			
850	8,89 ± 0,05	8,15 ± 0,26	12,32 ± 0,47			
950	3,89 ± 0,07	5,92 ± 0,02	11,37 ± 0,27			
1.050	5,20 ± 0,10	5,18 ± 0,15	5,24 ± 0,22			

* O método utilizado não propiciou a formulação de dados devido ao corpo de prova encontrar-se a verde e degradar-se na água em fervura.

Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em					
Temperatura (ºC)	45%	50%	65%		
Ar Ambiente* – 48h	-	-	-		
110* – 24h	-	-	-		
750	30,17 ± 0,86	35,73 ± 0,53	34,04 ± 0,02		
850	19,43 ± 0,05	18,44 ± 0,74	26,69 ± 0,79		
950	9,54 ± 0,13	14,21 ± 0,06	25,01 ± 0,41		
1.050	11,80 ± 0,14	12,59 ± 0,33	12,89 ± 0,37		

Tabela 3 – Porosidade Aparente (%) modificada segundo o processamento das misturas de LV + AM

* O método utilizado não propiciou a formulação de dados devido ao corpo de prova encontrar-se a verde e degradar-se na água em fervura.

Tabela 4 – Tensão de Ruptura a Flexão em 3 Pontos (MPa) modificada segundo o							
processamento das misturas de LV + AM							
Proporções dos teores de adição do rejeito LV (Lama Vermelha) em peso							
Temperatura (ºC)	45%	50%	65%				
Ar Ambiente – 48h	4,48 ± 0,11	3,95 ± 0,10	2,98 ± 0,06				
110 – 24h	10,66 ± 0,26	4,36 ± 0,44	8,06 ± 0,38				
750	8,32 ± 0,35	5,77 ± 0,09	4,44 ± 0,09				
850	20,07 ± 0,77	15,13 ± 0,23	15,02 ± 0,46				
950	22,23 ± 0,90	18,66 ± 0,58	17,47 ± 0,54				
1.050	24,75 ± 0,69	11,72 ± 0,31	19,33 ± 0,56				

APÊNDICE G – Fotos dos corpos de prova preparados por prensagem uniaxial das misturas de LV com as argilas AM, ASL e AMSL.



Figura 1. Corpos de prova da mistura prensada LVAM.



Figura 2. Corpos de prova da mistura prensada LVASL.



Figura 3. Corpos de prova da mistura prensada LVAMSL.

Livros Grátis

(<u>http://www.livrosgratis.com.br</u>)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração Baixar livros de Agronomia Baixar livros de Arquitetura Baixar livros de Artes Baixar livros de Astronomia Baixar livros de Biologia Geral Baixar livros de Ciência da Computação Baixar livros de Ciência da Informação Baixar livros de Ciência Política Baixar livros de Ciências da Saúde Baixar livros de Comunicação Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE Baixar livros de Defesa civil Baixar livros de Direito Baixar livros de Direitos humanos Baixar livros de Economia Baixar livros de Economia Doméstica Baixar livros de Educação Baixar livros de Educação - Trânsito Baixar livros de Educação Física Baixar livros de Engenharia Aeroespacial Baixar livros de Farmácia Baixar livros de Filosofia Baixar livros de Física Baixar livros de Geociências Baixar livros de Geografia Baixar livros de História Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura Baixar livros de Literatura de Cordel Baixar livros de Literatura Infantil Baixar livros de Matemática Baixar livros de Medicina Baixar livros de Medicina Veterinária Baixar livros de Meio Ambiente Baixar livros de Meteorologia Baixar Monografias e TCC Baixar livros Multidisciplinar Baixar livros de Música Baixar livros de Psicologia Baixar livros de Química Baixar livros de Saúde Coletiva Baixar livros de Servico Social Baixar livros de Sociologia Baixar livros de Teologia Baixar livros de Trabalho Baixar livros de Turismo