



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ADIÇÃO DE LODO DA ETA DE MANAUS EM MASSA
ARGILOSAS PARA OBTENÇÃO DE CERÂMICA PARA
PAVIMENTAÇÃO

ANTONIO JOSE LEAL NINA ROLDÃO

MANAUS-AM

2020



ANTONIO JOSE LEAL NINA ROLDÃO

**ADIÇÃO DE LODO DA ETA DE MANAUS EM MASSA
ARGILOSA PARA OBTENÇÃO DE CERÂMICA PARA
PAVIMENTAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Jean Carlos Silva Andrade.

MANAUS-AM

2020

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

R744a Roldão, Antonio Jose Leal Nina
Adição de lodo da ETA de Manaus em massa argilosa para
obtenção de cerâmica para pavimentação / Antonio Jose Leal Nina
Roldão . 2020
109 f.: il.; 31 cm.

Orientador: Jean Carlos Silva Andrade
Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) -
Universidade Federal do Amazonas.

1. argila. 2. leta. 3. bloco . 4. intertravado. 5. cerâmica. I. Andrade,
Jean Carlos Silva. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

ANTONIO JOSE LEAL NINA ROLDÃO

**ADIÇÃO DE LODO DA ETA DE MANAUS EM MASSA
ARGILOSA PARA OBTENÇÃO DE CERÂMICA PARA
PAVIMENTAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Manaus, 21 de dezembro de 2020.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Jean Carlos Silva Andrade
(Presidente da Banca / Orientador – UFAM)

Prof. Dr. João de Almeida Melo Filho
(Membro Interno – UFAM)

Prof. Dr. Raimundo Humberto Cavalcante Lima
(Membro Interno – UFAM)

Prof. Dr. Ricardo Peixoto Suassuna Dutra
(Membro Externo – UFPB)

Dedico a Deus,

in memória a Maria de Jesus Leal Nina,
a minha família e meus amigos.

Inicialmente agradeço a DEUS e a minha FAMÍLIA;

Ao Prof. Jean Carlos Silva Andrade;

Aos professores do PPGCEM.

A CAPES agência de fomento que possibilitou a realização desta pesquisa.

A Águas de Manaus.

Ao CPRM - Serviço Geológico do Brasil Superintendência Regional pelas análises granulométricas a Laser.

Ao Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas.

“Lembre da minha ordem: Seja forte e corajoso! Não fique desanimado, nem tenha medo, porque eu, o SENHOR, seu Deus, estarei com você em qualquer lugar para onde você for!” (Josué 1:9).

RESUMO

A produção de resíduos sólidos provenientes dos Sistemas de Abastecimento de Água (SAA), principalmente o Lodo gerado na Estação de Tratamento de Água (Leta), é um dos fatores de contaminação ambiental e tem despertado atenção da comunidade científica, no sentido da reutilização como alternativa de tratamento e disposição final. O objetivo dessa pesquisa foi avaliar a influência da incorporação do Leta em matriz de argila para produção de bloco intertravado cerâmico. A argila foi coletada no município de Iranduba-AM, e o Leta foi coletado na ETA da Ponta das Lages no Município de Manaus-AM. As matérias-primas foram caracterizadas por fluorescência de raios X (FRX), difração de raios X (DRX), análise térmica (TG e DSC), análise granulométrica, índice de plasticidade (IP). Foram confeccionados os corpos de provas adicionando 10% e 20% do Leta, sinterização nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1100°C, as propriedades tecnológicas avaliadas foram: retração linear, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente, resistência à compressão. Verificou-se que as propriedades tecnológicas foram influenciadas com a variação da temperatura e com a adição de Leta 1 e Leta 2. A incorporação de 10% de Leta 2 (sem tratamento com cal) em massa argilosa, com temperatura de queima ideal de 1000°C, apresentaram os melhores resultados (RLq < 2,5%, AA < 12,5%; PA < 22,5%; MEA < 1,85 g/cm³; RC = 118 MPa) para produção de bloco intertravado cerâmico, de acordo com as especificações das normas técnicas.

Palavras chave: Argila. Leta. Bloco. Intertravado. Cerâmico.

ABSTRACT

The production of solid waste from the Water Supply Systems (SAA), mainly the sludge generated at the Water Treatment Station (Leta), is one of the factors of environmental contamination and has attracted the attention of the scientific community, in the sense of reuse as alternative treatment and final disposal. The objective of this research was to evaluate the influence of the incorporation of Leta in a clay matrix for the production of interlocking ceramic blocks. The clay was collected in the municipality of Iranduba-AM, and the Leta was collected at the Ponta das Lages WTP in the municipality of Manaus-AM. The raw materials were characterized by X-ray fluorescence (FRX), X-ray diffraction (DRX), thermal analysis (TG and DSC), particle size analysis, plasticity index (IP). The specimens were made by adding 10% and 20% of Leta, sintering at temperatures of 900°C, 1000°C and 1100°C, the evaluated technological properties were: linear shrinkage, water absorption, apparent porosity, apparent specific mass, resistance to compression. It was found that the technological properties were influenced by the temperature variation and the addition of Leta 1 and Leta 2. The incorporation of 10% Leta 2 (without lime treatment) in clayey mass, with an ideal burning temperature of 1000 ° C, presented the best results (RLq <2.5%, AA <12.5%; PA <22.5%; MEA <1.85 g / cm³; RC = 118 MPa) for the production of interlocking ceramic blocks, according to the specifications of the technical standards.

Keywords: Clay. Leta. Interlocked. Block. Ceramic. Paver.

LISTA DE FIGURAS

Tabela 1. Tipos de coagulantes utilizados em tratamentos de água.	30
Tabela 2. Especificações técnicas para a produção de peças pré-moldadas de concreto-PPC, segundo ABNT 9781/2013	35
Tabela 3. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a ASTM C902/2015 e C1272/2017.....	36
Tabela 4. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a NTC 5282/2004 e 3829/2002.	36
Tabela 5. Identificação das amostras e Localização dos pontos de coleta.	38
Tabela 6. Tipo de peneiras utilizadas para o preparo das amostras. (mesh).	41
Tabela 7. Classificação da matéria quanto a plasticidade.	43
Tabela 8. Condições Experimentais.	44
Tabela 9. Variáveis dependentes e independentes.	44
Tabela 10. Codificação dos fatores e dos níveis do planejamento experimental.	45
Tabela 11. Matriz do planejamento experimental – codificada.	45
Tabela 12. Formulação das matérias-primas para confecção dos corpos de provas.	46
Tabela 13. Teor de umidade das amostras (%).	51
Tabela 14. Composição química das amostras em percentagem (%) de óxidos.	51
Tabela 15. Análises térmicas da Argila, LETA (1) e LETA (2).	55
Tabela 16. Valores de LL, LP e IP da argila.	58
Tabela 17. Condições para os resultados das variáveis dependentes.	67
Tabela 18. Tabela Anova – Leta 1.	69
Tabela 19. Resultados das variáveis dependentes.	75
Tabela 20. Tabela ANOVA - LETA 2.	78
Tabela 21. Formulação da composição da massa (argila + Leta) dos CPs para os testes preliminares.	105
Tabela 22. Exigências estabelecidas para a aplicação na cerâmica vermelha.	109
Tabela 23. Resultados dos estudos preliminares para RLq; AA; PA; MEA. TRF; com temperaturas de queima a 850°C e 1050°C.	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Tipos de coagulantes utilizados em tratamentos de água.....	30
Tabela 2. Especificações técnicas para a produção de peças pré-moldadas de concreto-PPC, segundo ABNT 9781/2013	35
Tabela 3. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a ASTM C902/2015 e C1272/2017.....	36
Tabela 4. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a NTC 5282/2004 e 3829/2002.	36
Tabela 5. Identificação das amostras e Localização dos pontos de coleta.	38
Tabela 6. Tipo de peneiras utilizadas para o preparo das amostras. (mesh).	41
Tabela 7. Classificação da matéria quanto a plasticidade.	43
Tabela 8. Condições Experimentais.	44
Tabela 9. Variáveis dependentes e independentes.	44
Tabela 10. Codificação dos fatores e dos níveis do planejamento experimental	45
Tabela 11. Matriz do planejamento experimental – codificada.	45
Tabela 12. Formulação das matérias-primas para confecção dos corpos de provas.	46
Tabela 13. Teor de umidade das amostras (%).	51
Tabela 14. Composição química das amostras em percentagem (%) de óxidos.....	51
Tabela 15. Análises térmicas da Argila, LETA (1) e LETA (2).	55
Tabela 16. Valores de LL, LP e IP da argila.	58
Tabela 17. Condições para os resultados das variáveis dependentes.	67
Tabela 18. Tabela Anova – Leta 1	69
Tabela 19. Resultados das variáveis dependentes.....	75
Tabela 20. Tabela ANOVA - LETA 2.	78
Tabela 21. Formulação da composição da massa (argila + Leta) dos CPs para os testes preliminares.	105
Tabela 22. Exigências estabelecidas para a aplicação na cerâmica vermelha.	109
Tabela 23. Resultados dos estudos preliminares para RLq; AA; PA; MEA. TRF; com temperaturas de queima a 850°C e 1050°C.	109

LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIACIONES E NOMENCLATURAS

ASTM - American Society for Testing and Materials

CAS - Cálcio Alumínio Silicato

DRX – Difractometria por Raios X

DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial

DTG - Diferencial Termogravimétrica

EEAB - Estação Elevatória de Água Bruta

EEAT - Estação Elevatória de Água Tratada

ETA – Estação de tratamento de água

FAF - Ferro Alumínio Fosfato

FRX – Fluorescência por Raio x

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

IP - Índice de plasticidade

LETA (1) – Lodo de ETA com tratamento

LETA (2) – Lodo de ETA sem tratamento

LL – Limite de liquidez

LP – Limite de plasticidade

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

NBR – Norma Brasileira Registrada

PNRS - Política Nacional de Resíduos Sólidos

TG - Análises termogravimétricas

2θ – Ângulo da condição da Lei de Bragg

°C - Graus Celsius

SUMÁRIO

RESUMO	8
ABSTRACT	9
LISTA DE FIGURAS	10
LISTA DE TABELAS	11
LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIACÕES E NOMENCLATURAS	12
1. INTRODUÇÃO.....	17
2. OBJETIVOS.....	19
2.1. Objetivo Geral.....	19
2.2. Objetivos específicos.....	19
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
3.1. A indústria de cerâmica vermelha.....	20
3.2. Argilas	20
3.3. Materiais Argilosos	21
3.3.1. Argilominerais	22
3.3.2. Caulinita.....	23
3.3.3. Quartzo	24
3.3.4. Muscovita	25
3.3.5. Goetita	26
3.3.6. Calcita.....	26
3.4. . Resíduos Sólidos	27
3.5. Sistema de abastecimento de água	28
3.5.1. Estação de Tratamento de Água (ETA).....	29
3.5.2. Lodo de ETA.....	31
3.6. Combinação: Argila e Leta.....	32
3.7. Pavimentos.....	33
4. MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1 Coleta das Matérias Primas.....	38

4.2	Caracterização das Matérias Primas.....	41
4.2.1	Análise de Umidade	41
4.2.2	Preparação das Amostras para Análises	41
4.2.3	Espectrometria de Fluorescência por Raios X – FRX.....	41
4.2.4	Difratometria por Raios X.....	42
4.2.5	Análise Termogravimétrica (TGA) e Termodiferencial (DSC)	42
4.2.6	Granulometria a Laser	42
4.2.7	Índice de Plasticidade	43
4.3	Planejamento Fatorial.....	43
4.4	Confecção dos Corpos de Provas	45
4.5	Sinterização dos Corpos de Prova.....	47
4.6	Caracterização do Produto Final	47
4.6.1	Retração Linear de Queima (RLq)	47
4.6.2	Absorção de Água (A.A).....	48
4.6.3	Porosidade Aparente (P.A)	48
4.6.4	Massa Específica Aparente (M.E.A).....	49
4.6.5	Resistência à Compressão.....	49
4.7	Caracterização Microestrutural	50
4.7.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	50
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	51
5.1.	Teor de Umidade.....	51
5.2.	Análises de Fluorescência por Raios X– FRX.....	51
5.3.	Difração de Raios X - DRX.....	53
5.3.1.	DRX – Argila.....	53
5.3.2.	DRX - LETA 1 e LETA 2	54
5.4.	Análises Térmicas (TG-DTG/DSC).....	55
5.5.	Plasticidade da Argila e Letas.....	58

5.6	Granulometria da Argila e Letas	59
5.7	Sinterização dos Corpos de Provas	60
5.8	Retração Linear de Queima	60
5.9	Absorção de Água	62
5.10	Porosidade Aparente.....	63
5.11	Massa Específica Aparente.....	64
5.12	Resistência à Compressão.....	65
5.13	Análises Estatísticas – Leta1.....	66
5.13.1	Equações Quadráticas	67
5.13.2	Ajustes das Equações ao Modelo Linear	68
5.13.3	Análise de Variância (ANOVA).....	69
5.13.4	Diagrama de Pareto.....	70
5.13.5	Superfície Resposta.....	73
5.14	Análises Estatísticas – Leta 2.....	75
5.14.1	Equações Quadráticas	76
5.14.2	Ajustes das Equações ao Modelo Linear	76
5.14.3	Análise de Variância (ANOVA).....	78
5.14.4	Diagrama de Pareto.....	79
5.14.5	Superfície Respostas	81
5.15	Difratograma de Raio X	84
5.16	Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV.....	87
6.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	90
7.	REFERÊNCIAS	94
8.	APÊNDICE	103
8.1	Determinação da Umidade	103
8.2	Determinação da Compactação.....	104
8.3	Determinação da Porcentagem de Leta	105

8.4	Tensão de Ruptura à Flexão (TRF).....	108
8.5	Normas estabelecidas para aplicação na Cerâmica Vermelha.....	109
8.6	Resultados dos Estudos Preliminares	109

1. INTRODUÇÃO

A Estação de Tratamento de Água (ETA) transforma água bruta, geralmente captada de mananciais superficiais, em água potável, ou seja, adequada ao consumo humano de acordo com padrões de potabilidade estabelecidos em normas e regulamentos, para isso são necessários processos e operações, gerando resíduos sólidos, conhecidos como Lodos de ETA, ou Leta.

A qualidade da água bruta apresentará as características mineralógicas do solo da bacia hidrográfica, influenciando significativamente na quantidade e na característica do Leta. Pesquisas, apontam que as principais composições químicas de alguns Letas residuais contêm Al_2O_3 , Fe_2O_3 e SiO_2 (RUVIARO et al, 2020), confirmando a presença do quartzo e caulinita no Leta (VITORINO et al, 2009). Encontra também em sua composição possíveis contaminantes e reagentes químicos, oriundos dos processos de tratamento da água. A maioria dos Letas são lançados sem tratamento prévio em corpos hídricos, causando impactos ambientais nos corpos hídricos.

Analisando o tema sob uma perspectiva regional, o Sistema de Abastecimento de Água da cidade de Manaus-AM, produz 30 toneladas/mês de Leta, sendo que a ETA localizada na Ponta das Lajes produz 80% do Leta (ÁGUAS DE MANAUS, 2020), considerado como um rejeito, portanto é realizado o tratamento no Leta, e em seguida, é destinado para disposição final no aterro sanitário de Manaus-AM.

A reutilização de resíduos industriais na produção de cerâmicas é uma das alternativas tecnológicas ambientalmente adequada que podem contribuir para minimizar os impactos ambientais causados pela disposição final inadequado desses resíduos.

Portanto, surge à motivação para realizar esta pesquisa, busca-se através deste trabalho, reutilizar o lodo de ETA, de modo a adicioná-lo em uma matriz argilosa como possível matéria prima para fabricação de bloco intertravado cerâmicos, pois o município Iranduba-AM, localizado aproximadamente a 30 km de Manaus-AM, capital do Amazonas, é um dos principais produtores de cerâmicas vermelhas do estado do Amazonas.

Através desta proposta seria possível beneficiar a sociedade de tal modo:

- Aproveitar os Letas que podem causar danos ao meio ambiente e a saúde pública;
- Evitar o assoreamento pela diminuição do descarte de resíduos em corpos hídricos;

- Possibilitar o aproveitamento do lodo de ETA para desenvolver novos materiais cerâmicos;
- Reduzir os custos sob a matéria prima (argila) na produção de cerâmicas;

De acordo com a justificativa e contextualização citadas busca-se por meio deste trabalho estudar e caracterizar o lodo de ETA proveniente das Estações de Tratamento de Água no município de Manaus-AM, combinar o lodo de ETA com argila para produzir Paver Cerâmico, e verificar o seu comportamento quando submetidos a ensaios mecânicos.

Desta forma divide-se este trabalho em duas principais etapas:

- 1^a – Caracterização da argila e do Lodo de ETA; e
- 2^a – Desenvolvimento e estudos das propriedades tecnológicas dos blocos intertravado cerâmicos.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Formular e desenvolver bloco intertravado cerâmico para pavimentação com a adição de resíduo provenientes da Estação de Tratamento de Água.

2.2. Objetivos específicos

- Avaliar o efeito da incorporação de Lodo de ETA na possibilidade de conformação na plasticidade/trabalhabilidade da massa argilosa;
- Avaliar as respostas das propriedades tecnológicas das cerâmicas sinterizadas, aplicando um planejamento experimental do tipo fatorial 2^2 com ponto central, para as formulações estudadas;
- Verificar a morfologia dos blocos intertravado cerâmicos envolvendo os Letas e a massa argilosa e os efeitos da variável temperatura;
- Definir quais as aplicações para os blocos intertravado cerâmicos produzidos com a adição dos Letas, levando em consideração o desempenho técnico por tratamento estatístico.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. A indústria de cerâmica vermelha

A partir do século XXI houve um aumento acelerado e abrupto no crescimento das indústrias cerâmicas no mundo, com a construção em larga escala de novas ocupações a demanda por utensílios e revestimentos cerâmicos triplicou. Tal crescimento é responsável pelo consumo demasiado dos recursos naturais e por consequência a geração de resíduos sólidos (SANGWAN; CHOUDHARY; BATRA, 2017).

No cenário nacional, a indústria de cerâmica vermelha compreende materiais empregados na construção civil (tijolos, telhas, argila expandida, entre outros) representa importância para o desenvolvimento econômico brasileiro (ALMEIDA; SOARES; MATOS, 2020). A produção das cerâmicas no Brasil corresponde a 7,4 % do Produto Interno Bruto – PIB, composta por 7340 empresas, gerando 293 ml empregos diretos e 1,25 milhões de empregos indiretos, com um faturamento anual de R\$ 6 bilhões, alcançando uma produção de 4 bilhões de peças por mês entre blocos e tijolos, e 7,8 milhões de toneladas de argila por mês para produção dos blocos e tijolos (ANICER, 2020).

No Estado do Amazonas, segundo Souza (2017) e Riker *et al.* (2016), os municípios de Manacapuru, Iranduba e Itacoatiara, são os principais produtores de cerâmicas vermelhas do estado, com produção anual de 111 milhões de peças.

3.2. Argilas

A argila é matéria prima utilizada no processo de produção de cerâmicas. A palavra “Cerâmica”, pela etimologia de origem grega *keramiké*, é utilizada para representar a arte e técnica de fabricar objetos variados de argila, submetendo-os a alta temperatura de cozedura, compreendendo todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos a partir de um tratamento térmico em temperaturas elevadas (SOUZA, 2017).

Remonta a milhares de anos, o conhecimento da cerâmica vermelha, devido, à trabalhabilidade da argila na modelagem dos elementos utilizados para a construção civil. A expressão “Cerâmica Vermelha” tem um significado bem amplo, compreendendo aqueles materiais empregados na construção civil (argila expandida, tijolos, blocos, elementos vazados, lajes, telhas e tubos cerâmicos) e alguns de uso doméstico e afins. Nos dois casos os produtos têm coloração, predominantemente, avermelhada adquirida pela queima. É pelo

processo de sinterização (em torno de 850°C) que a argila ganha resistência mecânica e resistência à água (SOUZA, 2017).

Os solos geralmente são compostos por 3 tipos de partículas de acordo com o tamanho, como por exemplo, o silte, a argila e areia. A granulometria nas argilas geralmente é estudada em escala micrométrica, pois as partículas que compõem tais argilas, medem menos que dois micrômetros (SOILS EMBRAPA, 2013).

As argilas são responsáveis pelo caráter plástico dos solos. A plasticidade de um solo argiloso é verificada através de ensaios de índice de liquidez e plasticidade. Esses ensaios são aplicados para determinar o teor de umidade de um determinado solo e observar as mudanças na plasticidade do material através um estado plástico para semi-sólido (CLAESSEN, 1997).

O índice de plasticidade (IP) é definido pela porcentagem do peso das partículas menores que dois micrômetros. E através do IP reconhece-se a atividade dos solos através da Equação 1. Desta forma as argilas são classificadas em inativas $A < 0,75$; normais se $0,75 < A < 1,25$ e ativas se, $A > 1,25$.

$$A = \frac{IP}{\% < 0,002 \text{ mm}} \quad (\text{Eq. 1})$$

O material argiloso possui cargas livres em sua superfície e a interação entre cargas faz a partículas se aglomerarem, isso pode determinar a característica de textura de um determinado solo (CAPUTO, 1981). As moléculas de água, por sua vez possuem cargas negativas na superfície o que facilita a interação da molécula de água mais a partícula argilosas.

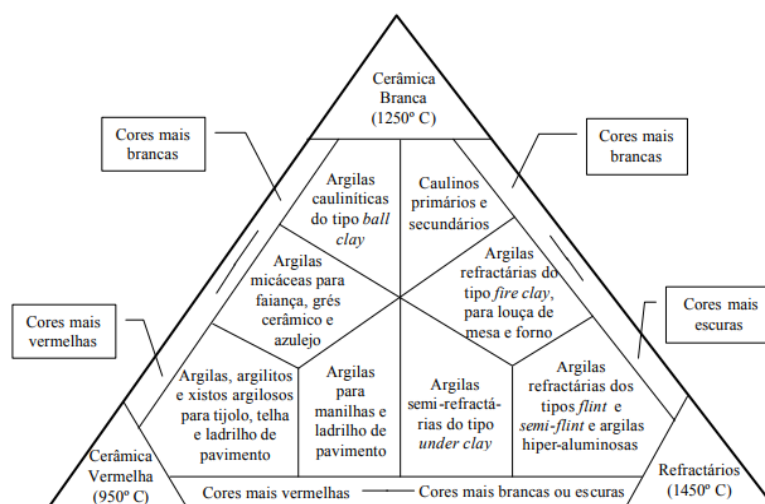
3.3. Materiais Argilosos

As argilas são matérias primas provenientes de amostras de solo que adquirem plasticidade ao adicionar-se água. São provenientes de rochas sedimentares que contem materiais argilosos (argilominerais) e possuem granulometria inferior a 2 μm . Quanto a composição, ou seja, os fatores que influenciam na plasticidade das argilas estão associados a seus constituintes (COELHO et al., 2007).

A plasticidade, de acordo com a ABNT NBR 6484:2001 é definida como a propriedade de solos finos, entre largos limites de umidade, de se submeterem a grandes deformações permanentes, sem sofrer ruptura, fissuramento ou variação de volume apreciável, e classificadas quanto a cor, englobando três grandes grupos: Cerâmicas Brancas,

Cerâmicas Vermelhas e Refratárias, (Figura 1).

Figura 1. Classificação de argilas para uso cerâmico com base na cor após queima.

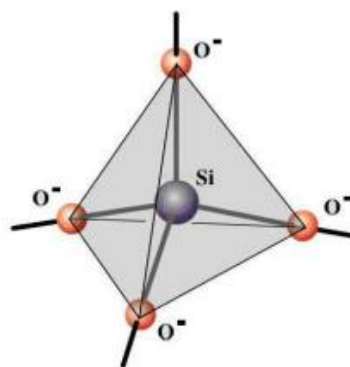


Fonte: Santos (2013).

3.3.1. Argilominerais

Os argilominerais formam-se em solos sedimentares, cuja água é um fator essencial para a hidratação dos silicatos. Silicatos são grupos de disposições atômicas compostos majoritariamente por silício (Figura 2).

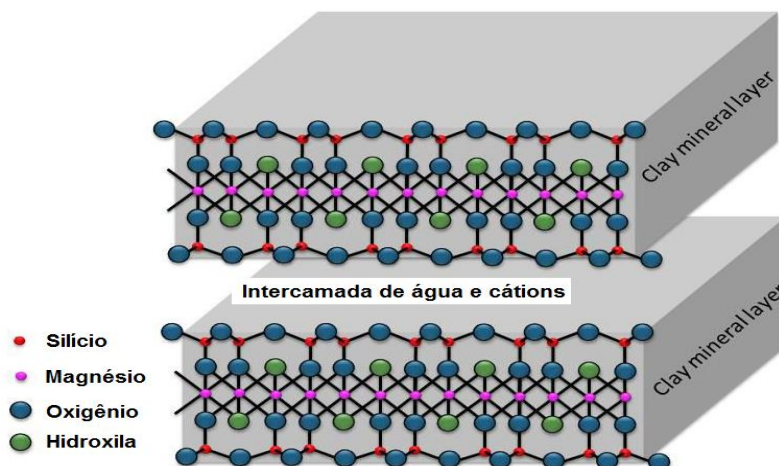
Figura 2. Estrutura de um silicato.



Fonte: Martins (2015).

Essas estruturas compreendem interações catiônicas interligadas através de lamelas sobreposta, de caráter octaédricas ou tetraédricas (Figura 3). A estrutura lamelar dos silicatos facilita a esfoliação das camadas, essas por sua vez deslocam-se umas sobre as outras em planos de clivagem (HILLIER et. al., 2003).

Figura 3. Estrutura de um argilomineral.



Fonte: NASA Jet propulsion laboratory (2019).

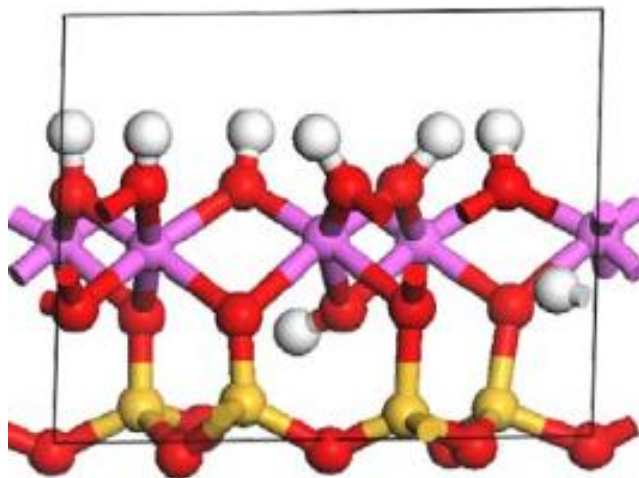
Os filossilicatos são os argilominerais mais conhecidos e estudados. Eles que são responsáveis pela plasticidade nas argilas e podem compreender, quanto ao arranjo atômico, estruturas diodecaédricas ou trioctaédricas.

Argilominerais são basicamente formados por grupos de arranjos atômicos contendo Al, Fe e Mg hidratados. Os filossilicatos hidratados, minerais comuns presentes nas argilas classificam-se, geralmente, pela quantidade de camadas lamelares, e são divididos em caulinita, esmectita, illita, clorita e paligorsquita. Os grupos de argilominerais são classificados pela junção de várias camadas origina uma composição octaédrica (MURRAY, 1999).

3.3.2. Caulinita

A caulinita é geralmente o argilomineral mais abundante nos caulins formado por silicatos hidratados cuja fórmula química é $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. A estrutura da caulinita é composta por grupos de moléculas de água ligados a sílica e alumínio, como pode ser observado na figura 4. A célula unitária da caulinita compreende aos parâmetros de rede cristalina $a = 5,149 \text{ \AA}$; $b = 8,934 \text{ \AA}$; e $c = 7,384 \text{ \AA}$; além dos ângulos $\alpha = 91,93^\circ$; $\beta = 105,042^\circ$ e $\gamma = 89,791^\circ$ (CRISCENTI e BRACCO, 2011).

Figura 4. Célula unitária da caulinita. Representação de sílica na forma octaédrica mais átomos de alumínio.



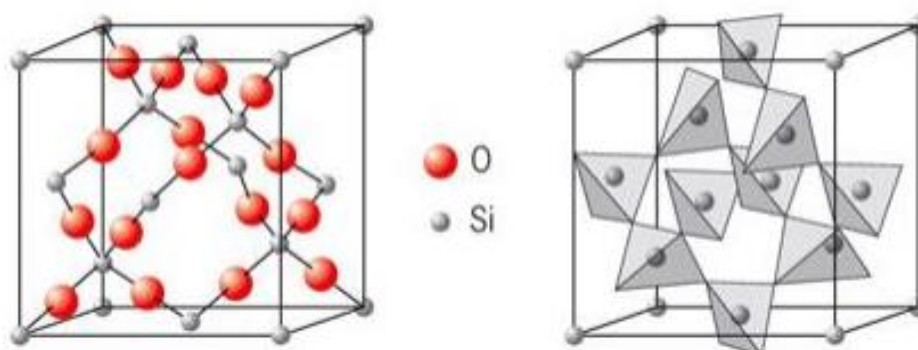
Fonte: Criscenti e Bracco (2011).

3.3.3. Quartzo

O Quartzo é um mineral identificado nos materiais por meio de sua fase mineralógica de formações de SiO_2 , sendo abundantemente encontrado em rochas compreendendo a quase 12%. É um polimorfo do vidro e geralmente é obtido em sua fase α . O quartzo- α está presente em temperaturas até aproximadamente 570°C e desta forma possui inúmeras aplicações dentro da ciência, que variam desde a piezoelectricidade ao estudo dos planos de clivagem em rochas em relação a verificação da resistência do material (ASKELAND e PHULÉ, 2008).

A estrutura cristalina do quartzo pode ser representada de acordo com a figura 5, que compreende uma estrutura cristalina trigonal composta por tetraedros de sílica (MARTINS, 2015).

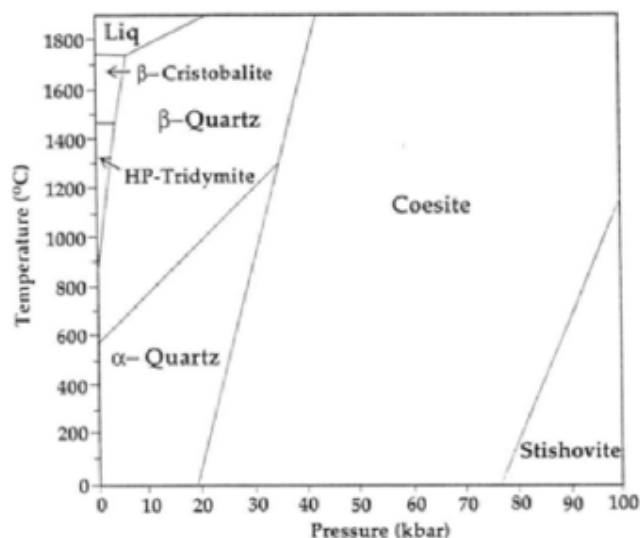
Figura 5. Estrutura Cristalina do Quartzo.



Fonte: Martins (2015).

Além do quartzo- α , existem outras formas estruturais, ou polimórficas do SiO_2 (Figura 6) percorrendo uma ampla faixa térmica de seu diagrama de fases, as fases encontradas em altas temperaturas, algumas fases de transição (metaestáveis) e outras estáveis (ARITONANG, 2018).

Figura 6. Diagrama de fases de quartzo.

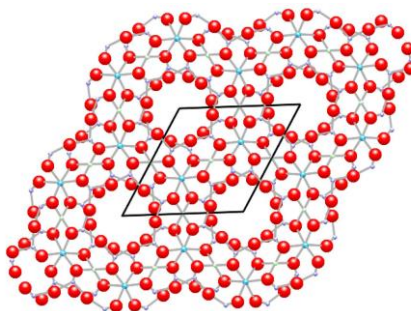


Fonte: Aasly (2007).

3.3.4. Muscovita

A muscovita é um recurso obtido através de minas de mica, e está presente em matéria primas argilosas, a mica pode ser então clivada em pedaços finos. A muscovita é uma fase mineralógica de sistema cristalino monoclinico (Figura 7) descoberta no final do século XVIII e assim nomeada por Johann Gottfried (PATNAIK, 2017).

Figura 7. Estrutura Cristalina da muscovita (em vermelho os átomos de silício).



Fonte: Patnaik (2017).

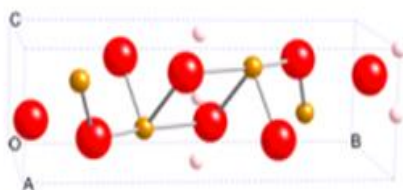
A muscovita possui fórmula química ($H_2KAl_3Si_3O_{12}$), sendo formada principalmente por silício e alumínio (PAIVA et al., 2019). Os parâmetros de rede da muscovita são definidos por $a = 5,18$, $b = 9,02$ e $c = 20,04$ Å.

3.3.5. Goetita

O ferro apresenta uma gama ampla de alotropia e polimorfismo tendo como exemplo as fases mineralógicas goetita e hematita. Tanto as goetitas como as hematitas possuem a capacidade de trocar cátions de Ferro por Alumínio, e essas concentrações variam de acordo com a composição de elementos químicos presentes no solo (AEPPLI et al, 2019).

Quimicamente a goetita (α -FeOOH) compreende a um oxi-hidróxido de ferro e possui uma estrutura agulhar. A disposição espacial dos átomos de goetita pode ser observada na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**8 onde se notam átomos de ferro ligados a oxigênios que por sua vez estão ligados a hidroxilas (UGWU, 2017).

Figura 8. Célula unitária da goetita, composta por átomos de Ferro em vermelho, seguidos por oxigênio (amarelo) e hidrogênio (branco).

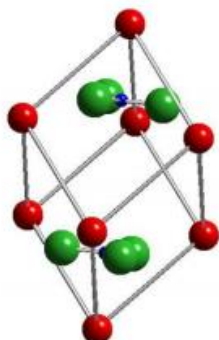


Fonte: Ugwu, (2017).

3.3.6. Calcita

A calcita ($CaCO_3$), (Figura 9) é um material muito estudado atualmente por suas propriedades ópticas, é um polimorfo da aragonita, e de modo experimental sob pressões elevadas pode ser transformada em calcita II e calcita III (BYRAPPA et al., 2015).

Figura 9. Célula unitária de calcita.



Fonte: Martins (2015).

3.4. Resíduos Sólidos

A Lei 12.305/10 institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos – PNRS, e no art. 3º define:

“XV - rejeitos: resíduos sólidos que, depois de esgotadas todas as possibilidades de tratamento e recuperação por processos tecnológicos disponíveis e economicamente viáveis, não apresentem outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada;

XVI - resíduos sólidos: material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade, a cuja destinação final se procede, se propõe proceder ou se está obrigado a proceder, nos estados sólido ou semissólido, bem como gases contidos em recipientes e líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou em corpos d’água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviáveis em face da melhor tecnologia disponível” (BRASIL, 2010).

Dessa forma a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) visa atender um conjunto de princípios e objetivos que visam o gerenciamento ambiental adequado aos resíduos e dos rejeitos (BRASIL, 2010).

De acordo com o Art. 7º, a PNRS foi implementada com o objetivo de prevenir a poluição, desenvolvimento sustentável, direito da sociedade de informação e controle social, redução do volume e da periculosidade dos resíduos, incentivo a indústria de reciclagem e reaproveitamento e a gestão integrada de resíduos sólidos (BRASIL, 2010).

A PNRS, também define e diferencia destinação e disposição final:

“VII - destinação final ambientalmente adequada: destinação de resíduos que inclui a reutilização, a reciclagem, a compostagem, a recuperação e o aproveitamento energético ou outras destinações admitidas pelos órgãos competentes do Sisnama, do SNVS e do Suasa, entre elas a disposição final, observando normas operacionais específicas de modo a evitar danos ou riscos à saúde pública e à segurança e a minimizar os impactos ambientais adversos;

VIII - disposição final ambientalmente adequada: distribuição ordenada de rejeitos em aterros, observando normas operacionais específicas de modo a evitar danos ou riscos à saúde pública e à segurança e a minimizar os impactos ambientais adversos” (BRASIL, 2010).

Segundo Art. 9º da PNRS prevê que “na gestão e gerenciamento de resíduos sólidos, deve ser observada a seguinte ordem de prioridade: não geração, redução, reutilização, reciclagem, tratamento dos resíduos sólidos e disposição final ambientalmente adequada dos rejeitos”.

3.5. Sistema de abastecimento de água

O Ministério da Saúde é o órgão responsável por definir quais são as características adequadas para que a água possa ser consumida pelos seres humanos sem causar danos à saúde. Através da Portaria nº 2914/2011, foram definidos os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade. A Portaria nº 2914/2011 apresenta os seguintes conceitos:

I - **Água para consumo humano:** água potável destinada à ingestão, preparação e produção de alimentos e à higiene pessoal, independentemente da sua origem.

II - **Água potável:** água que atenda ao padrão de potabilidade;

III - **Água tratada:** água submetida a processos físicos, químicos ou combinação destes, visando atender ao padrão de potabilidade.

IV - **Sistema de abastecimento de água para consumo humano:** instalação composta por um conjunto de obras civis, materiais e equipamentos, desde a zona de captação até as ligações prediais, destinada à produção e ao fornecimento coletivo de água potável, por meio de rede de distribuição.

V - **Controle da qualidade da água para consumo humano:** conjunto de atividades exercidas regularmente pelo responsável pelo sistema de abastecimento de água, destinado a verificar se a água fornecida à população é potável, de forma a assegurar a manutenção desta condição.

Fazem parte de um Sistema de Tratamento de Água, de acordo com Pedrosa (2015):

Manancial: fontes de água superficiais ou subterrâneas que são usadas para abastecimento humano.

Captção: é a primeira unidade do sistema de abastecimento de água. Responsável por coletar de modo adequado a água do manancial, também chamada de água bruta.

Adutora: é a tubulação de grande diâmetro usada para a condução da água do ponto de captação no manancial até a Estação de Tratamento de Água (adutora de água bruta), e da Estação de Tratamento de Água até os reservatórios de distribuição (adutora de água tratada).

Estação Elevatória: é o conjunto das instalações e equipamentos de bombeamento, destinados a transportar a água a pontos mais distantes ou mais elevados, ou para aumentar a vazão de linhas adutoras.

Estação Elevatória de Água Bruta (EEAB): transporta água bruta do manancial até a Estação de Tratamento de Água

Estação Elevatória de Água Tratada (EEAT): transporta água tratada da Estação de Tratamento de Água até os reservatórios ou pontos mais elevados da rede de distribuição.

Estação de Tratamento de Água: unidade industrial responsável pela purificação da água bruta coletada no manancial, seguindo critérios de qualidade especificados na legislação.

Reservatório: grandes caixas de concreto onde fica reservada a água após tratamento.

Rede de distribuição: adutoras, tubulações e encanamentos por onde se distribui a água tratada para a população.

3.5.1. Estação de Tratamento de Água (ETA)

A Estação de Tratamento de Água (ETA) tem funcionamento semelhante a uma indústria onde uma determinada matéria prima, água bruta, é processada, através de diversas operações e processos, resultando em um produto final, água tratada (ACHON, 2008).

O tratamento de água acontece em etapas e envolve processos químicos e físicos. De acordo com a Resolução do CONAMA N 357/2005, o uso preponderante das águas doces para o consumo humano deve atender os processos tratamento de acordo com sua classe:

- Classe Especial: Tratamento com Desinfecção;
- Classe 1: Tratamento Simplificado;
- Classe 2: Tratamento Convencional;
- Classe 3: Tratamento Convencional ou Avançado.

A ETA que utiliza o tratamento convencional ou completo (Figura 10) apresenta os principais processos de tratamento de água: coagulação, floculação, decantação, filtração e desinfecção), transforma a água bruta, inadequada para consumo humano, em água potável de acordo com padrões de potabilidade estabelecido na Portaria 2914.

Figura 10. Sistema de tratamento de água convencional ou completo.



Fonte: Reauli, 1999, apud Gonçalves (2018).

Durante os processos e operações para o tratamento da água é adicionado produtos químicos para desestabilizar as partículas durante o processo da coagulação e floculação, como por exemplo, os coagulantes e floculantes.

De acordo com Mihelcic e Zimerman (2018), a coagulação é uma etapa de neutralização de carga que envolve o acondicionamento da matéria suspensa, coloidal e dissolvida por meio dos coagulantes, enquanto que a floculação envolve a agregação de partículas desestabilizadas e a formação de partículas maiores, conhecidas como flocos. A tabela 1 apresenta os tipos de coagulantes utilizados nos tratamentos de água. O Sulfato de Alumínio é o produto mais utilizado, tanto pelas suas propriedades e pelo menor preço (FUNASA, 2007).

Tabela 1. Tipos de coagulantes utilizados em tratamentos de água.

TIPOS DE COAGULANTES	EXEMPLOS
Coagulantes Metálicos Inorgânicos	Sulfato de Alumínio ou alume ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$); Aluminato de sódio ($\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$); Cloreto de Alumínio (AlCl_3); Sulfato Férrico ($\text{Fe}(\text{SO}_4)_3$) e Cloreto Férrico (Fe Cl_3).
Sais Metálicos Pré-hidrolizados	Feito de sulfato de alumínio, sais de ferro e hidróxidos sob condições controladas; inclui cloreto de polialumínio (PACl), sulfato de polialumínio (PAS) e cloreto de poliferro.
Polímeros Orgânicos	Polímero catiônicos, polímeros aniônicos e polímeros não iônicos.
Materiais naturais a base de Plantas	<i>Opuntia spp</i> e <i>Moringa oleífera</i> .

Fonte: Mihelcic e Zimerman (2018). Adaptado.

O Leta gerado em tratamentos utilizando o sulfato de alumínio apresenta coloração marrom com viscosidade e consistência similar ao chocolate líquido, além de apresentar dificuldade de sedimentação ou flotação em seu estado natural (DELGADO, 2016).

Em seguida, temos o processo da decantação, onde ocorrerá a sedimentação das partículas por gravidade, durante um período de tempo razoável e serão removidas. Segundo Mihelcic e Zimerman (2018), as partículas com densidade maiores de 1000 kg/m^3 , irão decantar no fundo do decantado, enquanto que as partículas com densidades menores de 1000 kg/m^3 , flutuarão na superfície da água.

A filtração é amplamente utilizada para remover pequenos flocos ou partículas precipitadas. Já a etapa de desinfecção remove os microrganismos patogênicos utilizando cloro ou ozônio, enquanto que a fluoretação consiste em adicionar uma concentração de fluoreto na água para que a população tenha maior resistência a cárie dentárias (BRAGA, et al., 2005).

3.5.2. Lodo de ETA

Achon e Cordeiro (2015) chamam a atenção para a realidade atual das ETAs no Brasil, pois a maioria das ETAs foram implantadas antes da Lei das Águas (9.433/1997); Lei dos Crimes Ambientais (9.605/1998) e a Resolução do CONAMA Nº 237/1997 que exige o licenciamento ambiental das atividades potencialmente poluidoras. Portanto, raramente o sistema de destinação e disposição do final do Leta era contemplado nos projetos das estações, sendo atualmente exigência legal para novos projetos e ampliações.

Os Letas são gerados durante o processo de decantação e filtração sendo classificado de acordo a Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT NBR-10.004 (2004) classifica o Leta como resíduos sólidos pertencentes a Classe II – NÃO INERTE.

Ficam incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, bem como determinados líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções técnica e economicamente inviáveis em face à melhor tecnologia disponível.

O lançamento do Leta in natura em corpos hídricos, é considerado um crime ambiental de acordo a Lei 9.605/98, Art. 54. “Causar poluição de qualquer natureza em níveis tais que resultem ou possam resultar em danos à saúde humana, ou que provoquem a mortandade de animais ou a destruição significativa da flora”.

Portanto, o Leta deve ser devidamente tratado uma vez que contém concentrações elevadas de elementos químicos, tais como, Al, Si, Fe, Ti, Mg, entre outros (OLIVEIRA e RONDON, 2016; TARTARI et al., 2011; TEIXEIRA et al., 2006) e disposto de forma adequada, para que não provoque danos ao meio ambiente, geralmente em aterros sanitários, gerando elevados custos de destinação para as empresas geradoras (COCCO, 2017).

De acordo com Gonçalves et al., (2018), o Leta possui entorno de 95% de umidade e suas características variam de acordo com a qualidade da água bruta coletada e com a dosagem dos produtos químicos utilizados durante o tratamento.

Nesse sentido, o Leta pode ser submetido a um processo de centrifugação, proporcionando a esse resíduo condições favoráveis para a sua reutilização no desenvolvimento de novos produtos, pois apresenta umidade reduzida, o que facilita seu transporte e armazenamento (SANTOS, 2016).

As análises químicas do Leta, revelam que esse resíduo, contém SiO_2 , Al_2O_3 , e Fe_2O_3 , enquanto que as análises mineralógicas apresentam as fases cristalinas: quartzo, caulinita, o que despertou o interesse de vários pesquisadores em estudar esse resíduo como alternativas para a aplicação desse material na produção de materiais de construção civil.

Atualmente, vem sendo realizado diversos estudos visando à viabilidade da reutilização do lodo gerado em ETAs, tais como a

- Incorporação na selagem de células de aterro sanitário (PRIM, 2011);
- Incorporação em materiais da construção civil: agregados leves (BUSELATTO et al., 2020), concretos (RUVIARO et al., 2020) e geopolímeros (SANTOS, 2016).
- Incorporação em materiais de cerâmica vermelha, tijolos (TARTARI et al., 2011)

3.6. Combinação: Argila e Leta

De acordo com Perterle et al., (2018) a combinação de argila e Leta é viável, por vários fatores dentre eles a reutilização do Leta como resíduo aproveitado para produção de compósitos cerâmicos.

A queima das matérias primas influencia o desempenho do material cerâmico, dessa forma necessita atender as especificações das normas técnicas vigentes. O aumento da dosagem do teor de argila caulínica pode influenciar benéficamente no resultado final (REIS et al., 2016), ainda que se busque a reutilização do lodo é necessário constatar as frações

ideais dos constituintes das massas cerâmicas para evitar fragilizar o material (SAVAZZINI-REIS et al., 2017), ou seja realizar um estudo prévio do comportamento da queima do material. A análise termogravimétrica dos lodos de ETA evidencia picos característicos da degradação da caulinita, ocorrendo a calcinação, alterando a estrutura cristalina e transformando-se estrutura amorfa (metacaulinita) entre 450°C e 600°C (TEIXEIRA et al., 2006).

De acordo com Bittencourt et al., (2012), as composições dos Letas em geral variam de acordo com o solo residual presente nas águas das regiões onde são extraídos. Os principais constituintes do lodo de ETA são o silício (Si), o alumínio (Al) e o ferro (Fe) (SANTOS, 2016).

3.7. Pavimentos

O pavimento é uma estrutura construída sobre a terraplanagem destinada a:

- a) Resistir aos esforços verticais provenientes do tráfego;
- b) Resistir aos esforços horizontais tornando mais duráveis a superfície do rolamento;
- c) Melhorar as condições de rolamento quanto ao conforto e segurança (SENÇO, 1997).

Segundo Santos (2013) um pavimento é constituído basicamente pelas seguintes camadas:

Subleito: camada da infraestrutura de um pavimento; é o terreno da fundação que pode sofrer intervenção de uma terraplanagem ou regularização.

Sub-base: camada complementar da base, quando por circunstâncias técnicas não for aconselhável construir a base sobre o subleito.

Base: camada destinada a receber e distribuir de maneira uniforme os esforços oriundos do tráfego.

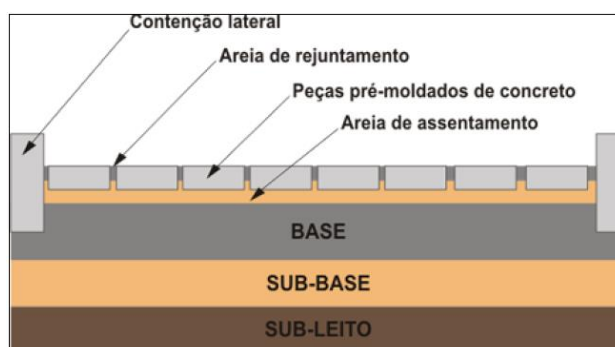
Revestimento: camada sobre a base, que recebe diretamente a ação do rolamento, podendo ser de concreto betuminoso, concreto de cimento, pedras naturais, pavers e solo tratado.

O pavimento é considerado um sistema de múltiplas camadas finitas, sujeito às tensões, deformações e deslocamentos provenientes das solicitações cíclicas do tráfego, sendo que a fundação da estrutura deve apresentar capacidade de suporte compatível com a intensidade e frequência com a qual será solicitada (SANTOS et al., 2020).

Segundo Wiebbelling (2015), a estrutura do pavimento intertravado caracteriza-se pelo

revestimento em blocos, com alta durabilidade e resistência, assentados sobre uma camada de areia, a base, a sub-base e o subleito. O revestimento e a areia de assentamento são contidos lateralmente, em geral, por meio-fio. E o rejuntamento entre os blocos é feito com areia. A Figura 11 mostra uma seção transversal típica do pavimento com blocos intertravados de concreto.

Figura 11 Assentamento de peças intertravadas.



Fonte: Santos (2013).

As espessuras das camadas do pavimento intertravado, de acordo com Wiebbelling (2015), dependem das seguintes características:

- Intensidade do tráfego que circulará sobre o pavimento;
- Características do terreno de fundação;
- Qualidade dos materiais constituintes das demais camadas.

Os blocos de concreto são também conhecidos como Pavers. São blocos intertravados, pré-fabricados, maciços e que permitem pavimentar completamente uma superfície (WIEBBELLING, 2015). O intertravamento é a capacidade que o material tem de resistir aos movimentos de deslocamento individual, seja vertical, horizontal, de rotação ou giração em relação às peças adjacentes (FIORITI, 2007).

Sua camada superficial apresenta acabamento confortável para o trânsito de pessoas, e sua estrutura permite suportar o trânsito de veículos leves ou pesados, conforme a categoria e a aplicação (FERNANDES, 2013).

A pavimentação intertravada tem como principal característica o fato de as peças serem simplesmente assentadas, devidamente confinadas sobre uma camada de areia, que serve de regularização da base e atua na distribuição das cargas e acomodação das peças (DIAS et al., 2016). Entretanto, o conceito básico desse tipo de pavimentação é o intertravamento, ou seja, a transmissão de parte da carga de uma peça para a peça vizinha

através do atrito lateral entre elas. Outra característica desse sistema é o fato de ser permeável, pois permite a passagem de parte da água da chuva para o solo através das juntas (DIAS et al., 2016).

O bloco intertravado cerâmico ou paver cerâmico, de acordo com Santos (2013) são os blocos tipos tijolos, fabricados da mistura de argila plástica visando facilitar a etapa de secagem e conferir forma desejada. Trata-se de um processo de fabricação similar ao da cerâmica estrutural. O paver cerâmico é de fácil manejo, com formas geométricas desenvolvidas para obter facilidade de instalação, como também, para uma correta distribuição de cargas importantes pelo tráfego.

De acordo com Santos (2013), a produção de paver cerâmicos não está consolidada no Brasil, portanto não existe legislação que estabeleça padrões tecnológicos para sua produção, salvo a norma ABNT 9781/2013, que regulamenta as especificações técnicas para a produção de pavers em concreto (peças pré-moldadas de concreto - PPC). A tabela 2 apresenta as especificações técnicas para a produção de PPC.

Tabela 2. Especificações técnicas para a produção de peças pré-moldadas de concreto-PPC, segundo ABNT 9781/2013

REQUISITOS FÍSICOS		LIMITES ADMISSÍVEIS
Tolerância dimensional (mm)	Comprimento	± 3,0mm
	Largura	± 3,0mm
	Altura	± 5,0mm
Resistência à Compressão axial (MPa)	1	≥ 35,0 Veículos comerciais leves (Tráfego de pedestres, veículos leves e veículos comerciais de linha)
	2	≥ 50,0 Veículos tráfego pesado (Tráfego de veículos especiais e solicitações capazes de produzir efeitos de abrasão acentuados)

Fonte: Santos (2013). Adaptado.

Nos países como Estados Unidos, Colômbia e Espanha existem normas e especificações tecnológicas para a produção de paver cerâmico, são elas: As normas ASTM (Estados Unidos), NTC (Colômbia) e UNE-NE (Espanha).

Essas normas tendem a seguir as regulamentações e as especificações técnicas para a produção do paver cerâmico, baseados nas condições climáticas e ambientais de cada país,

afirma Santos (2013).

O clima do Brasil é do tipo tropical, portanto, não apresenta variações climáticas significativas comparadas com esses países, de maneira que alguns aspectos das normas citadas não se aplicam à produção de paver cerâmico no Brasil, motivo pelo qual justifica-se a necessidade de elaboração de uma norma técnica brasileira que especifique propriedades técnicas para a produção de paver cerâmico, afirma Santos (2013).

A tabela 3 apresenta as especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a ASTM C902/2015 e C1272/2017, e a tabela 4. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a NTC 5282/2004 e 3829/2002.

Tabela 3. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a ASTM C902/2015 e C1272/2017.

Tipo de tráfego	Norma		Especificações técnicas (média para 5 unidades)			
	ASTM		AA (%)	RC (MPa)	Índice - A	Volume - A (cm ³ /cm ²)
Pesado	C 1272/2017	Tipo R	6	55,2	0,11	1,7
	C 1272/2017	Tipo F	6	69,0	0,11	1,7
Leve	C 902/2015	SX	8	55,2	-	-
	C 902/2015	MX	14	20,7	-	-
	C 902/2015	NX	sem limite	20,7	-	-

AA - Absorção de água; RC - Resistência à compressão; A – Abrasão

Fonte: Santos (2013). Adaptado.

Tabela 4. Especificações técnicas para a produção de paver cerâmico de acordo com a NTC 5282/2004 e 3829/2002.

Tipo de tráfego	Norma		Especificações técnicas (média para 5 unidades)			
	NTC		AA (%)	RC (MPa)	Índice - A	Volume - A (cm ³ /cm ²)
Pesado	5282/2004	Tipo R	6	55	0,11	1,7
	5282/2004	Tipo F	6	69	0,11	1,7
Leve	3829/2002	Tipo I	8	55,2	0,11	1,7
	3829/2002	Tipo II	14	38	0,25	2,7
	3829/2002	Tipo III	sem limite	20,7	0,50	4

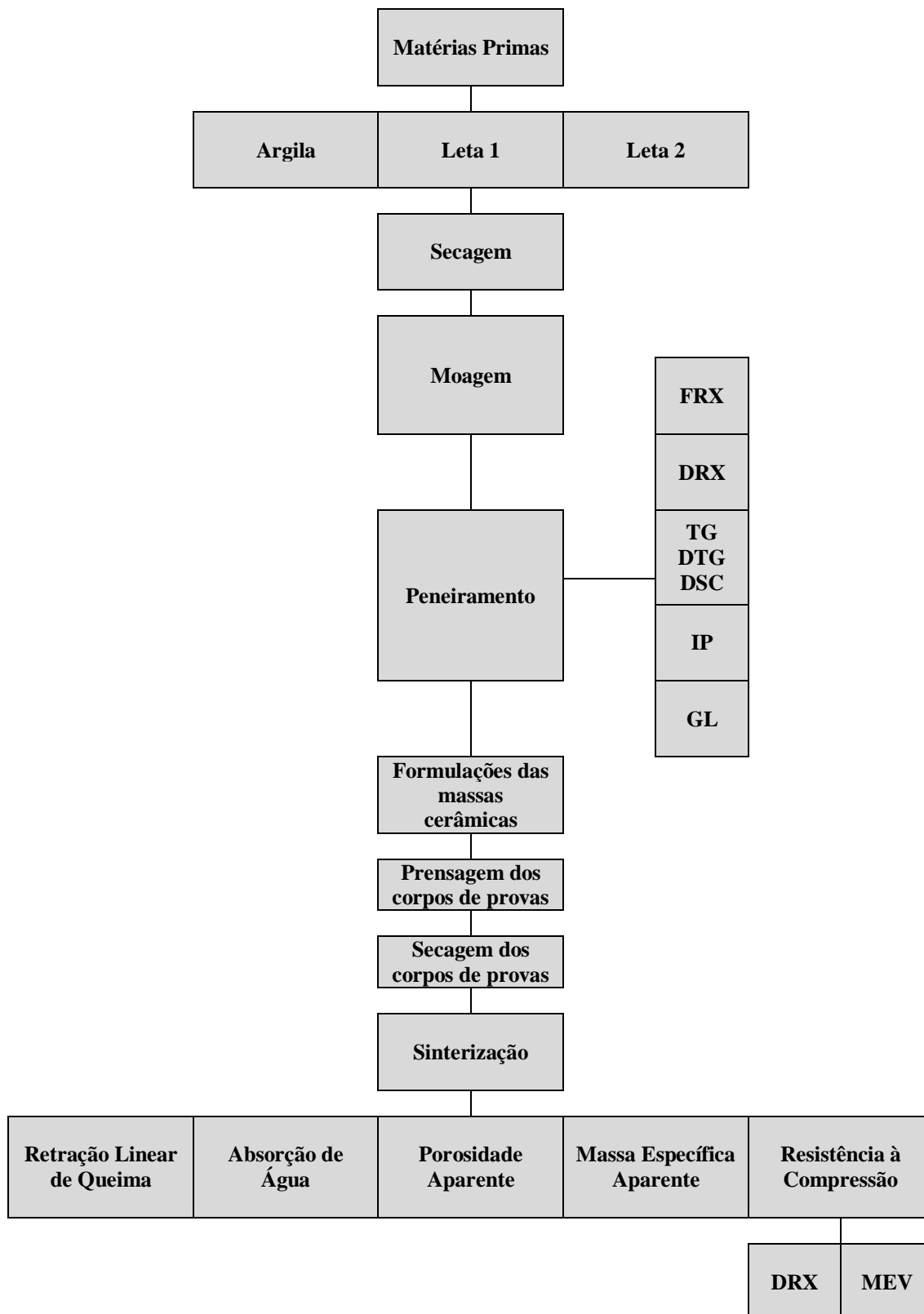
AA - Absorção de água; RC - Resistência à compressão; A – Abrasão

Fonte: Santos (2013). Adaptado.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos experimentais foram executados conforme a figura 12.

Figura 12. Procedimentos experimentais.



Nesta seção serão descritos os materiais e os equipamentos utilizados no desenvolvimento desta pesquisa para determinar as características físicas, químicas, mineralógicas das matérias primas, assim como a metodologia, a qual será fundamentada de acordo com Santos (2013).

Foram utilizadas 3 matérias primas: argila e Lodo da Estação de Tratamento de Água: inertizado com cal (Leta 1) e não inertizado com cal (Leta 2), conforme a Tabela 5.

Tabela 5. Identificação das amostras e Localização dos pontos de coleta.

DENOMINAÇÃO DA AMOSTRA	CARACTERÍSTICAS	FONTE
Argila	<i>In natura</i>	Irاندوبا-AM
Leta 1	Tratado	ETA Ponta das Lajes Manaus-AM
Leta 2	Não tratado	ETA Ponta das Lajes Manaus-AM

4.1 Coleta das Matérias Primas

A argila utilizada foi coletada no pátio da indústria Cerâmica Rio Negro, localizada no Polo Cerâmico do município de Irاندوبا-AM, Distrito do Cacau Pirera (Figura 13). A jazida encontra-se ao lado da indústria. A coleta ocorreu em pontos diferentes e variados, no estoque de matéria prima, próximo à entrada do caixão alimentador, para se obter uma amostra mais uniforme desse material e mais representativa da massa utilizada pela indústria cerâmica, conforme Souza (2017).

Figura 13. Localização da Cerâmica Rio Negro no município de Irاندوبا-AM onde foi realizada a coleta da argila (3°09'10.1"S e 60°04'43.4"W).



Fonte: Google Maps (2019).

O Leta foi coletado na Estações de Tratamento de Água, fornecido pela Empresa Águas de Manaus - Complexo da Ponta das Lajes no município de Manaus-AM (Figura 14).

Figura 14. Localização da E.T.A - Ponta das Lajes-Manaus-AM ($3^{\circ}05'25.9''S$ e $59^{\circ}56'02.7''W$).



Fonte: Google Maps, (2018).

A captação da água bruta é proveniente do Rio Negro, sendo tratada com sulfato de alumínio, cal hidratada, polímeros não iônicos, cloro e flúor. O Leta é gerado nos decantadores e nos filtros da ETA.

Para os estudos preliminares foram utilizados dois tipos de Lodo de ETA:

1. Lodo in natura com tratamento prévio (inertização com cal) realizado pela empresa, atendendo assim, as normas de destinação e disposição final desse resíduo. O qual será representado como Leta 1. A amostra do Leta 1 foi coletada no galpão de tratamento após 21 dias de inertização com cal (Figura 15) tempo necessário para ser destinado ao aterro sanitário de Manaus.
2. Lodo in natura sem tratamento, denominado como Leta 2. A amostra foi coletada diretamente na esteira, apresentando-se bastante úmido (Figura 16).

Figura 15. Lodo in natura com tratamento prévio (inertização com cal).



Figura 16. Coleta do LETA 2 na esteira.



4.2 Caracterização das Matérias Primas

As amostras (argilas e Letas) foram caracterizadas fisicamente e quimicamente, conforme a metodologia descrita por Santos (2013). Foram preparadas inicialmente visando as análises de caracterização das matérias primas por: Fluorescência de Raios X (FRX), Difração de Raios X (DRX), Termogravimétrica (TG), Termodiferencial (DSC), Índice de Plasticidade (IP) e Granulometria a Laser (GL).

4.2.1 Análise de Umidade

Foram conduzidas 3 amostras de cada matéria prima ao Laboratório de Materiais da Amazônia e Compósitos – LAMAC da Universidade Federal do Amazonas – UFAM, e foram submetidas a análise de umidade utilizando um analisador de umidade, marca SHIMADZU, modelo MOC63u, cujo resultados são aferidos em porcentagem.

4.2.2 Preparação das Amostras para Análises

Para a secagem as amostras foram conduzidas ao Laboratório de Pavimentação – LABPAV/UFAM, sendo utilizado uma estufa elétrica, modelo SSA13, à temperatura de 110°C por 24 horas. Para a moagem as amostras foram conduzidas ao Laboratório de Laminação da UFAM, onde foram moídas durante 2 horas em moinho de bolas. Após a moagem as amostras foram peneiradas de acordo com as especificações dos ensaios de caracterização, conforme a tabela 6.

Tabela 6. Tipo de peneiras utilizadas para o preparo das amostras. (mesh).

	FRX	DRX	TG/DTG	LL e LP
Argila/LETA (Mesh)	200	100	200	80

4.2.3 Espectrometria de Fluorescência por Raios X – FRX

A composição química em quantidades de óxidos foi determinada por Espectrometria de Fluorescência por Raios X (FRX) por energia dispersiva em um espectrômetro da marca PANalytical e modelo EPSILON3x, pertencente LAMAC/UFAM.

4.2.4 Difractometria por Raios X

A caracterização mineralógica, identificação dos argilominerais, foi realizada no difratômetro de raios X, marca PANalytical modelo Empyran, pertencente ao Laboratório de Materiais (LABMAT) da UFAM. Para tanto o equipamento operou com radiação cobre ($\text{Cu } \alpha \lambda=1,5406\text{\AA}$), potência de 40Kv, corrente de 40Ma e ângulo de varredura 2θ variando entre 5° e 100° .

O tratamento dos dados e identificação das fases minerais foram realizados utilizando o software X'pert HighScore Plus, versão 2.0 para Windows e o programa Mercury 3.10.1. O Mercury é capaz de carregar dados estruturais a partir de uma variedade de formatos e fornece uma ampla gama de opções para auxiliar na investigação e análise de estruturas de cristal que permite a visualização tridimensional de estruturas de minerais, a partir dos seus respectivos arquivos CIF (Crystallographic Information File), comparando o difratograma obtido com padrões (fichas) do banco de dados ICSD (Inorganic Crystal Structure Database). Procedeu-se a formatação dos dados no programa OriginPro 2016.

4.2.5 Análise Termogravimétrica (TGA) e Termodiferencial (DSC)

As análises Termogravimétrica (TGA) e Termodiferencial (DSC) foram realizadas em um equipamento marca TA Instruments, modelo SDTQ600, no LAMAC/UFAM. Para tanto, foi adotado o seguinte procedimento: uma amostra de aproximadamente 10 miligramas de material foi depositada em um cadinho de alumina sem tampa com capacidade de 90 microlitros, o qual foi aquecido a uma taxa de 10°C por minuto até a temperatura final de 1.000°C , com fluxo de gás purga N 5.0 de 30 mililitros por minuto.

4.2.6 Granulometria a Laser

A caracterização granulométrica foi realizada pelo método de espalhamento de laser por um Granulômetro a laser Marca Malvern Modelo MS 2000. O material passante foi disperso em água através de um dispersor Hydros 2000 MU. As análises foram realizadas no laboratório de sedimentação da Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais (CPRM).

4.2.7 Índice de Plasticidade

É possível através do ensaio de limite de liquidez verificar a resistência ao cisalhamento do solo para um dado teor de umidade, através do número de golpes necessários para que haja deslizamento do solo. O método de Atterberg foi utilizado para avaliação da plasticidade do solo. Este método consiste na técnica de determinação de dois limites de consistência, conhecidos como Limite de Liquidez (LL) e Limite de Plasticidade (LP), cujos procedimentos estão descritos nas Normas NBR 6459/2016 e NBR 7180/2016 respectivamente. O índice de plasticidade (IP) é dado pela diferença entre o limite de liquidez e o limite de plasticidade, como pode ser representado pela equação 2. A tabela 7 apresenta a classificação da matéria prima quanto a plasticidade, de acordo com Caputo (1981).

$$IP = LL - LP \quad (\text{Eq. 2})$$

Tabela 7. Classificação da matéria quanto a plasticidade.

ÍNDICE DE PLASTICIDADE	CLASSIFICAÇÃO
IP > 15	Altamente plástica
7 < IP < 15	Medianamente plástica
1 < IP < 7	Fracamente plástica
IP = 0	Não plástica

Fonte: Caputo (1981).

4.3 Planejamento Fatorial

De acordo com Santos (2013) um experimento com mistura é aquele no qual dois ou mais ingredientes são misturados para formar um produto final. O número de ensaios a serem realizados em um experimento como esse deve levar em conta a possibilidade de se estimar os possíveis erros experimentais, além de praticidade e viabilidade econômica.

Entre os Planos experimentais existentes adotou-se o planejamento fatorial 2^k , pois se deseja analisar a influência dos fatores (variáveis independentes), sobre as variáveis respostas (variáveis dependentes), em produtos cerâmicos, ao se adicionar o Leta em uma matriz argilosa.

O planejamento experimental do tipo fatorial 2^2 , apresentará 2 níveis (mínimo e máximo), com 2 pontos centrais o que levará a realização de 10 condições experimentais, conforme a tabela 8.

Tabela 8. Condições Experimentais.

CONDIÇÃO	LETA (%)	TS (°C)
C1	0	900
C2	0	1100
C3	20	900
C4	20	1100
C5	0	1000
C6	20	1000
C7	10	900
C8	10	1100
C9	10	1000
C10	10	1000

Foram escolhidos 2 fatores controláveis, o percentual de Leta e a temperatura de sinterização (TS), variando em 2 níveis (inferior e superior) com ponto central (médio). Para o fator Leta os limites inferiores e superiores serão 0% e 20%, enquanto para TS os limites inferiores e superiores foram utilizados 900°C e 1100°C. Para o ponto central utilizou-se os valores intermediários de 10% e 1000°C, para os fatores Leta e PS, respectivamente. As propriedades tecnológicas definidas como variáveis respostas foram: retração linear de queima (RLq) absorção de água (AA); porosidade aparente (PA), massa específica aparente (MEA) e resistência compressão (RC), apresentados conforme a tabela 9.

Tabela 9. Variáveis dependentes e independentes.

Fatores Variáveis independentes	Níveis	Variáveis Respostas Variáveis Dependentes
% Leta 1	0 a 20%	<ul style="list-style-type: none"> • Retração linear de queima (RLq) <ul style="list-style-type: none"> • Absorção de água (AA) • Porosidade aparente (PA) • Massa específica aparente (MEA) • Resistência à compressão (RC)
% Leta 2	0 a 20%	
Temperatura de sinterização	900°C a 1100°C	

Para o uso do planejamento experimental torna-se necessário codificar os valores, portanto os níveis inferiores devem ser representados por (-1), os níveis intermediários (0) e os níveis superiores (+1), tais níveis estão representados na tabela 10. Enquanto que a tabela 11 apresenta a matriz do planejamento experimental codificados, com indicação das variáveis

respostas.

Tabela 10. Codificação dos fatores e dos níveis do planejamento experimental.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	+1
Leta (%)	0	10	20
Temperatura (°C)	900	1000	1100

Tabela 11. Matriz do planejamento experimental – codificada.

CONDIÇÃO	VARIÁVEIS INDEPENDENTES		VARIÁVEIS RESPOSTAS				
	LETA (%)	TS (°C)	RLq (%)	AA (%)	PA (%)	MEA (g/cm ³)	RC (MPa)
C1	- 1	- 1					
C2	- 1	+1					
C3	+1	- 1					
C4	+1	+1					
C5	- 1	0					
C6	+1	0					
C7	0	- 1					
C8	0	+1					
C9	0	0					
C10	0	0					

4.4 Confeccção dos Corpos de Provas

Foram confeccionados 60 corpos de provas de acordo com as formulações da tabela 12. Para cada corpo de prova foram utilizados 180 g de matéria prima seca. A massa seca foi misturada em um almofariz, com o auxílio de uma espátula até ficar homogênea, em seguida foi umidificada com 11% de água, após o término da mistura a quantidade de amostra foi passada na peneira ABNT N° 18 (1 mm) para homogeneizar e facilitar a prensagem, acondicionada posteriormente em sacos plásticos por 24 h.

Os corpos de provas foram moldados através de uma matriz de aço inoxidável com cavidade de 10 cm x 5 cm x 2 cm (Figura 17), em seguida foram prensados de modo uniaxial por meio de uma prensa hidráulica, marca Bovenau modelo P30000 com capacidade de 30 toneladas. A pressão de compactação utilizada foi de 30 MPa. Após compactação as peças foram identificadas na superfície.

Tabela 12. Formulação das matérias-primas para confecção dos corpos de provas.

FORMULAÇÃO	ARGILA (% de peso)	LETA 1 (% de peso)	TEMPERATURA (°C)	CORPOS DE PROVAS (UNID.)
F1	100	0	900	4
	100	0	1000	4
	100	0	1100	4
F2	90	10	900	4
	90	10	1000	4
	90	10	1100	4
F3	80	20	900	4
	80	20	1000	4
	80	20	1100	4
FORMULAÇÃO	ARGILA (% de peso)	LETA 2 (% de peso)	TEMPERATURA (°C)	CORPOS DE PROVAS (UNID.)
F4	90	10	900	4
	90	10	1000	4
	90	10	1100	4
F5	80	20	900	4
	80	20	1000	4
	80	20	1100	4
TOTAL				60

Figura 17. Matriz utilizada para confeccionar os corpos de provas.

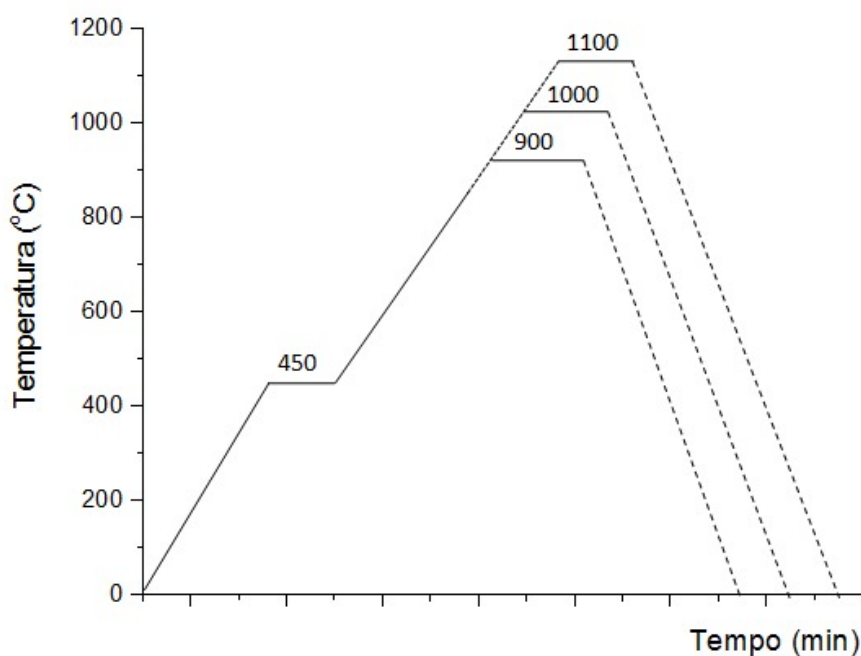


Após a prensagem, os corpos de prova foram pesados, em seguida foram aferidas as medidas dos corpos de provas a verde utilizando um paquímetro, marca Messen (150mm/6”) e novamente secados em estufa elétrica regulada em 110°C por 24 h, com a finalidade de reduzir a porcentagem de água e novamente pesados em balança eletrônica para determinar as medidas dos corpos de provas secos à 110°C, posteriormente deu-se o início à sinterização (queima) dos corpos de provas.

4.5 Sinterização dos Corpos de Prova

A Sinterização foi realizada em mufla elétrica da marca Jung, com taxa de aquecimento de 5°C/min com o patamar de 450 °C, com isoterma de 30 min, até atingir a temperatura de queima. As temperaturas de queima adotadas foram 900°C, 1000°C e 1100°C, de acordo com figura 18.

Figura 18. Curvas representativas dos tratamentos térmicos (sinterização).



4.6 Caracterização do Produto Final

Para a caracterização do produto final foram analisadas as seguintes propriedades tecnológicas: retração linear de queima (eq. 3), absorção de água (eq. 4), porosidade aparente (eq. 5), massa específica aparente (eq. 6), e por fim, a resistência à compressão (eq. 07).

4.6.1 Retração Linear de Queima (RLq)

Com o auxílio do paquímetro digital foram determinadas as dimensões dos corpos de provas após a prensagem, secagem e queima, para todas as formulações. A retração linear de queima (RLQ) foi determinada por meio da equação 3.

$$RLq = \frac{C_s - C_q}{C_s} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde:

RLQ = retração linear de queima (%);

Cs = comprimento do corpo de prova após a secagem (cm);

Cq = comprimento do corpo de prova após a queima (cm).

4.6.2 Absorção de Água (A.A)

Para a obtenção da absorção de água dos corpos de provas foi efetuado o procedimento, de acordo com a ABNT NBR 15270-2 (ABNT, 2017) e determinado pela equação 4:

$$AA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (\text{Eq. 4})$$

Onde:

AA = absorção de água (%);

Mu = massa do corpo de prova saturado de água (g);

Ms = massa do corpo de prova seco (g).

4.6.3 Porosidade Aparente (P.A)

A Porosidade Aparente foi obtida através do Princípio de Arquimedes. O procedimento foi realizado juntamente com o ensaio de Absorção de Água, onde após a retirada da imersão em água, durante 24 horas, as amostras foram pesadas imersas em água. A porosidade aparente foi determinada por meio da equação 5.

$$PA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (\text{Eq. 5})$$

Onde:

PA = porosidade aparente;

Mu = massa do corpo de prova úmido (g);

Ms = massa do corpo de prova seco (g);

Mi = massa do corpo de prova imerso em água (g).

4.6.4 Massa Específica Aparente (M.E.A)

A massa específica aparente é a razão entre o peso do corpo de prova após queima (em g) e o seu volume total (em cm), formado pelo volume das partículas e o volume dos poros.

A MEA foi determinada de acordo com Santos (1989), utilizando a equação 6.

$$MEA \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{P_q}{P_u - P_i} \times 100 \quad (\text{Eq.6})$$

Onde:

P_q = Peso do corpo de prova após a queima (g);

P_u = Peso do corpo de prova saturado (g);

P_i = Peso do corpo de prova imerso em água (g).

4.6.5 Resistência à Compressão

A caracterização mecânica foi realizada conforme ABNT NBR 5739:2018, por meio de ensaio de resistência à compressão axial, utilizando a prensa manual hidráulica, marca Contenco (Figura 19), conforme a equação 7.

$$f_c \text{ (MPa)} = \frac{F}{L \times C} \quad (\text{Eq. 7. Adaptada}).$$

Onde:

f_c é a resistência à compressão (MPa);

F é a força máxima alcançada (N);

L é a largura do corpo de prova (mm²);

C é o comprimento do corpo de prova (mm²).

Figura 19. Prensa manual hidráulica.



4.7 Caracterização Microestrutural

As fases cristalinas dos blocos intertravado cerâmicos sinterizados foram identificadas por Difração de Raio X (DRX), enquanto que a caracterização microestrutural foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura.

4.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica por MEV foi realizada para verificar a superfície dos CPs após fratura a fim de identificar e estudar os pontos de falha. Para determinação da morfologia dos CPs foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura, localizado no Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas.

Inicialmente as amostras foram metalizadas com ouro (Au) no metalizador Smarter Coater (JEOL), e posteriormente visualizadas no Microscópio Eletrônico de Varredura JSM IT-500HR (JEOL) sob condições de alto vácuo, com feixe de 1,0 e 5,0 kV, e magnificação de x1.000.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Teor de Umidade

O teor de umidade foi verificado nas amostras de acordo com a perda de água em massa. É observado que a argila apresentou umidade de 12,40%, enquanto que o Leta 1 e Leta 2 apresentaram valores de 67,45% a 75,30 % de umidade respectivamente, conforme a tabela 13. O rendimento médio da parte sólida dos Letas obtido foi de 28,6%, após a secagem, corroborando com Santos (2016) que obteve 27% de rendimento médio do Lodo de ETA proveniente do Rio Negro.

Tabela 13. Teor de umidade das amostras (%).

AMOSTRA	A1 (%)	A2 (%)	A3 (%)	Média (%)
ARGILA	10,70	13,20	13,30	12,40
LETA 1	67,25	67,00	68,10	67,45
LETA 2	76,00	74,25	75,65	75,30

Análise em triplicata: A1, A2 e A3.

5.2. Análises de Fluorescência por Raios X – FRX

Os resultados das análises por FRX são apresentados na (Tabela 14). Com o resultado da análise química foi possível detectar os elementos constituintes das amostras (análise qualitativa), bem como as composições químicas expressas em quantidades percentuais de óxidos (análise quantitativa).

Tabela 14. Composição química das amostras em percentagem (%) de óxidos.

AMOSTRA (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	CaO	P ₂ O ₅	Outros
ARGILA	62,47	23,66	9,07	2,11	0,19	0,20	0,80	1,50
LETA (1)	25,65	23,17	16,84	1,15	0,31	30,58	0,87	1,43
LETA (2)	39,25	35,67	17,98	2,59	-	1,18	1,33	2,00

Constatou-se a presença de óxido de silício (SiO₂), seguida de óxido de alumínio (Al₂O₃) e óxido de ferro (Fe₂O₃).

As argilas são constituídas essencialmente de sílica e alumina, característica da matéria-prima de cerâmica vermelha (SANTOS, 1975). Foram encontrados 62,47 % de SiO₂ e 23,66 % de Al₂O₃, na argila, atendendo os valores estipulados por Santos (1975) de SiO₂ entre 43,2% e 77,6% e de Al₂O₃ entre 6,8% e 38,0%, justificando sua utilização na fabricação de

cerâmica vermelha. A somatória dos percentuais de SiO_2 e Al_2O_3 na argila totalizou 86,13%. A incidência de SiO_2 indica a presença de Quartzo (SiO_2), assim como a incidência de Al_2O_3 , indica a presença da Caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) na argila.

O teor de ferro na argila acima de 3% além do seu papel fundente confere a característica avermelhada nas peças cerâmicas após a queima (SANTANA, 2020). A argila apresentou 9,07% de Fe_2O_3 , justificando os corpos de provas apresentarem as cores avermelhadas após a queima.

Como pode ser observado pela análise de Fluorescência de Raios X (Tabela 17), os elementos encontrados nos Leta 1 e 2, em maior quantidade, são o SiO_2 , Al_2O_3 , e Fe_2O_3 , segundo Pertterle et al., (2018), a presença destes elementos é justificada pelo uso do coagulante de sulfato de alumínio no tratamento de água e pela própria composição da água, a qual contém materiais em suspensão, como por exemplo a areia e materiais argilosos.

As amostras de Leta 1 e 2 apresentam 25,65% e 39,25% de SiO_2 , respectivamente, assim como 23,17% e 35,67% de Al_2O_3 . Sendo que $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ corresponde a 48,82 % no Leta 1 e 74,92% no Leta 2, apresentando as características da argila, o que será confirmado pela Difração de Raios X na seção 3.2.

Santos, Manzato e Melo Filho (2017), afirmam que a presença da Caulinita na composição química dos Letas confere ao lodo, a características de argila caulínica.

Observa-se presença de K_2O , sendo 2,11% na argila, 1,15% no Leta 1 e 2,59% no Leta 2. Segundo Cargnin (2011), K_2O é um composto alcalino, possui um efeito fundente, ampliando a fase líquida necessária para a solidificação das partículas, aumentando a retração linear.

Enquanto que a presença de óxido de cálcio (CaO) e de magnésio (MgO) na amostra do Leta 1 evidencia a presença de Calcita.

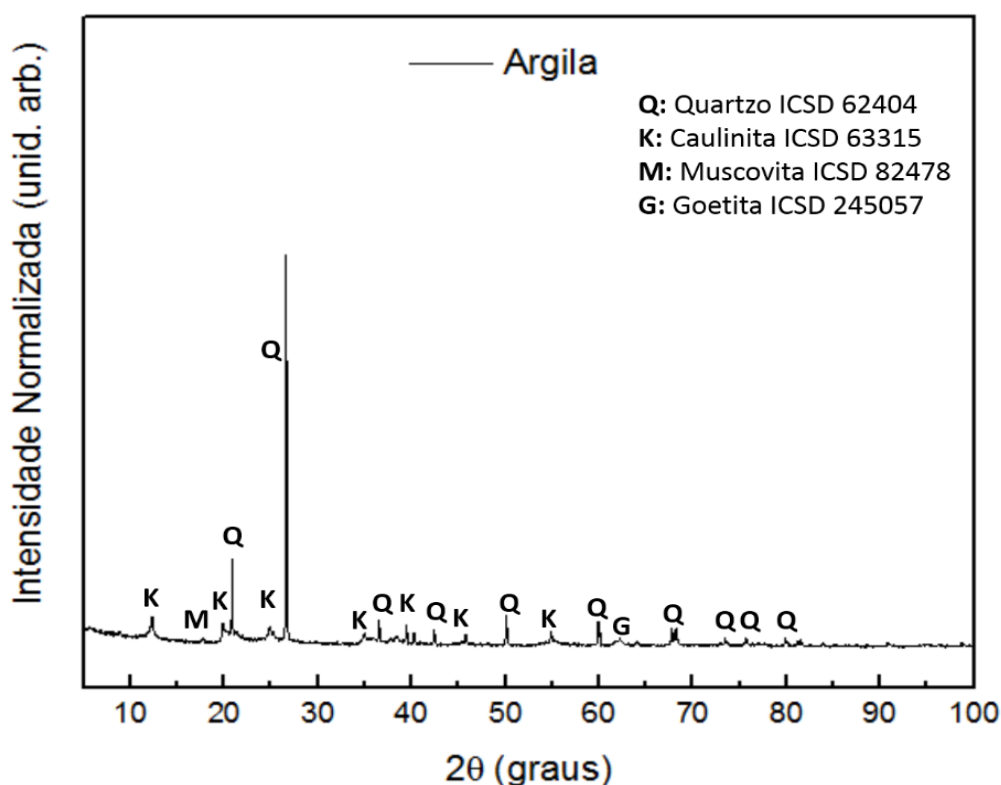
Não foram detectados teores de metais pesados nas amostras analisadas, corroborando com Santos (2016) a qual afirma que os produtos desenvolvidos à base dos resíduos estudados não apresentariam riscos à saúde humana. De acordo com Santos (2016); Andreoli (2006) e Cordeiro (2001), os elementos predominantes dos Lodos de ETA estão, provavelmente, relacionados às características dos solos da região.

5.3. Difração de Raios X - DRX

5.3.1. DRX – Argila

O difratograma da argila (figura 20) apresenta as fases de Quartzo (SiO_2), CIF ICSD 62404, possui estrutura cristalina Hexagonal composta por tetraedros de sílica, onde cada oxigênio fica dividido entre dois tetraedros. A fases Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), CIF ICSD 18165, também presente na argila, possui estrutura anódica. A Muscovita ($\text{KA}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$), CIF ICSD 82478 apresenta estrutura cristalina Hexagonal. A Goetita ($\text{FeO}(\text{OH})$), CIF ICSD 245057 apresenta estrutura cristalina ortorrômbico.

Figura 20. Difratograma da argila com identificação das fases cristalinas.

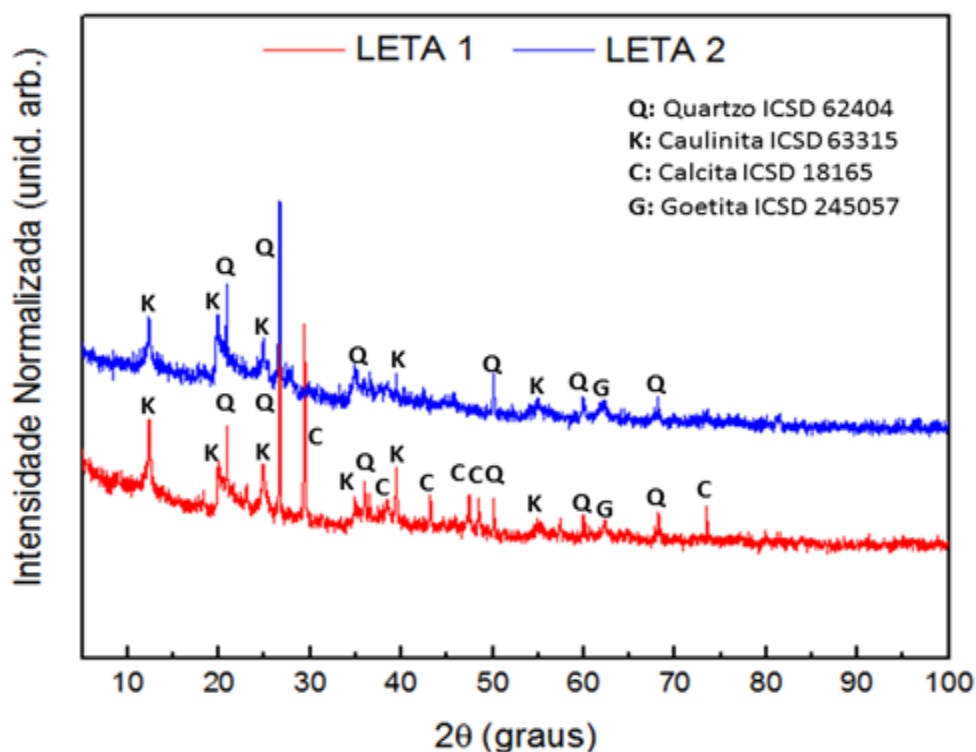


A análise mineralógica da argila apresentada na figura XX, composta por Quartzo e Caulinita, evidenciando uma típica argila da Bacia Amazônica, corroborando com os estudos de massas argilosas oriunda do município de Iranduba-AM apresentados por Santana (2020); Eleutério et al (2010); Batalha (2009) e Rebelo (2006).

5.3.2.DRX - LETA 1 e LETA 2

Na Figura 21 estão apresentados os padrões de difração para os lodos coletados na estação de tratamento de água (Leta 1 e Leta 2).

Figura 21. Difratograma do LETA 1 e LETA 2 com identificação das fases cristalinas.



Na amostra Leta 1 foram identificadas as estruturas cristalinas do quartzo, caulinita e goetita indexadas nas mesmas posições para os planos de difração para as estruturas identificadas para a amostra da argila, apresentada nos parágrafos anteriores. Por outro lado a calcita (CaCO_3), indexou as informações contidas no cartão ICSD n°. 18165, qual exibe estrutura romboédrica. A diferença entre as amostras Leta 1 e Leta 2 consiste basicamente da presença de calcita na amostra Leta 1.

No estudo reportado por Pessoa Junior et al., (2020) a caracterização estrutural por difração de raios X do lodo da estação de tratamento resultou na presença dos minerais muscovita, hematita (Fe_2O_3), quartzo e rutilo (TiO_2). Diferentemente, no estudo realizado por Teixeira et al., (2011) a Mika/Illita, caulinita, quartzo e goetita foram identificadas usando a difração de raios X. Portanto, as estruturas cristalinas presentes no padrão de difração para a argila e Letas 1 e 2, estão em ótima concordância com as literaturas consultadas (COSTA et al., 2004; IZIDORO et al., 2012; PESSOA JUNIOR et al., 2020)

5.4. Análises Térmicas (TG-DTG/DSC)

A Figura 22 apresenta os resultados das análises termogravimétricas da argila e dos Letas 1 e 2, enquanto que a tabela 15 apresenta um resumo dos principais eventos térmicos que são encontrados na figura 22.

Figura 22. Análise de TG e DTG.

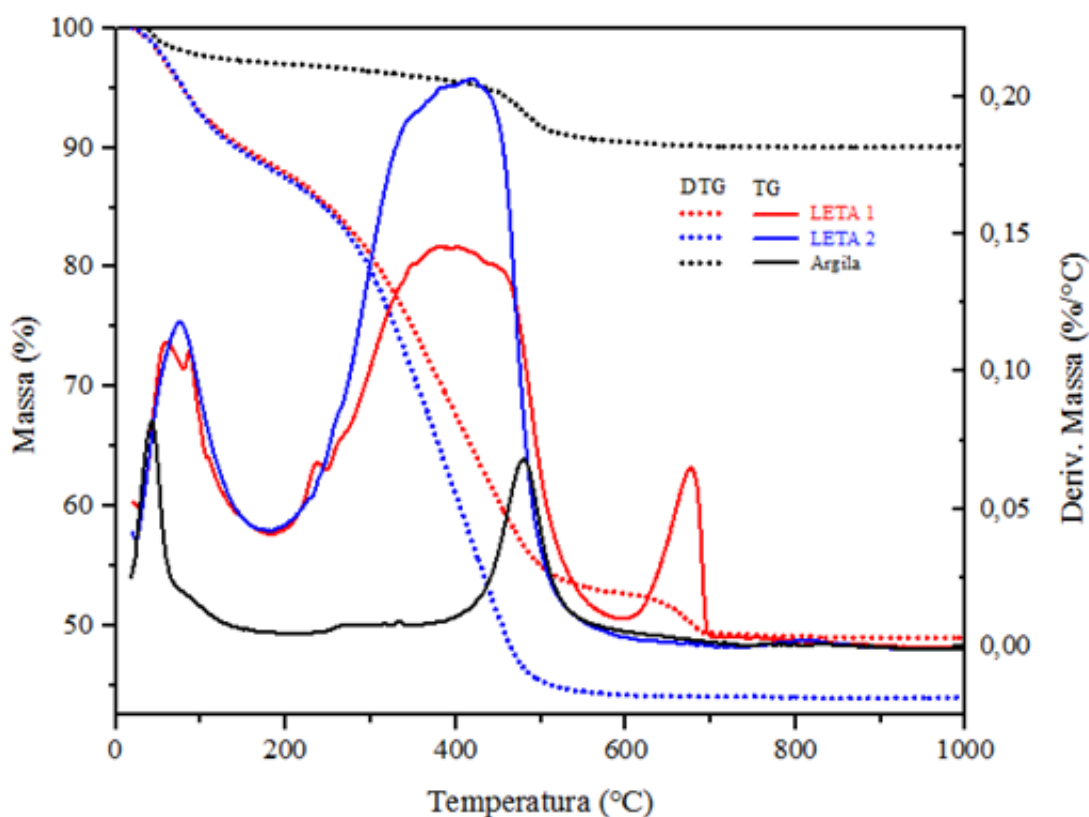


Tabela 15. Análises térmicas da Argila, LETA (1) e LETA (2).

Evento	Argila	LETA (1)	LETA (2)
1°. Evento (°C)	18,4- 174,3	21,70 – 109,73	20,86 – 172,99
Perda de massa (%)	6,48	12,82	13,97
2°. Evento (°C)	392,18- 653,23	238,85 -589,72	254,85 – 572,57
Perda de massa (%)	4,30	34,16	
3°. Evento (°C)	----	602,29 – 698,29	---
Perda de massa (%)	----	5,26	---

A argila, ao atingir o maior patamar de variação de massa em função da temperatura a

41,01°C com taxa de perda de massa pela temperatura equivalente a 0,08185% °C⁻¹ é observado na DTG um comportamento indicando perda de água na amostra figura 22.

O primeiro evento na TG (Figura 22) demonstra perda de 3,855% de massa ao final do evento, corroborando o valor observado no primeiro pico da DTG, observa-se que tal evento de taxa final de 0,07687% °C⁻¹ inicia em 18,4°C e tem fim em 174,3°C com perda final de massa de aproximadamente 3,8%. A molécula de água inicialmente sofre adsorção física decorrente de ligações secundárias pela área disponível no material, a molécula de água é adsorvida pela superfície da argila de forma que tais interações deformam os ângulos interatômicos da molécula de água.

O segundo evento na TG (Figura 22), ocorre no intervalo de 392,18°C a 653,23°C com 10,71% de perda total de massa. Esse valor configura quase o valor total de perda de massa ao final da caracterização térmica. Nesse evento é observada a desidroxilação da Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) desvinculando o grupo OH⁻ (hidroxila) do alumínio afetando a cristalinidade do material. A Caulinita, identificada previamente por DXR, é convertida em metacaulinita, porém a metacaulinita apresenta caráter amorfo (não possui ordem química de longo alcance).

Para o Leta 1 há perda de matéria orgânica até 89,85°C (Figura 22) por isso o aparecimento de um segundo pico menos intenso a direita do gráfico. Sugere-se tal arguição devido à maioria dos compostos orgânicos presentes em lodos de estação de tratamento serem em sua maioria hidrocarbonetos, cuja dissociação se dá em um intervalo de 70 a 90°C condizente com o encontrado no gráfico (78,66°C a 89,85°C). É importante ressaltar que os eventos térmicos que antecedem 100°C ocorrem simultaneamente.

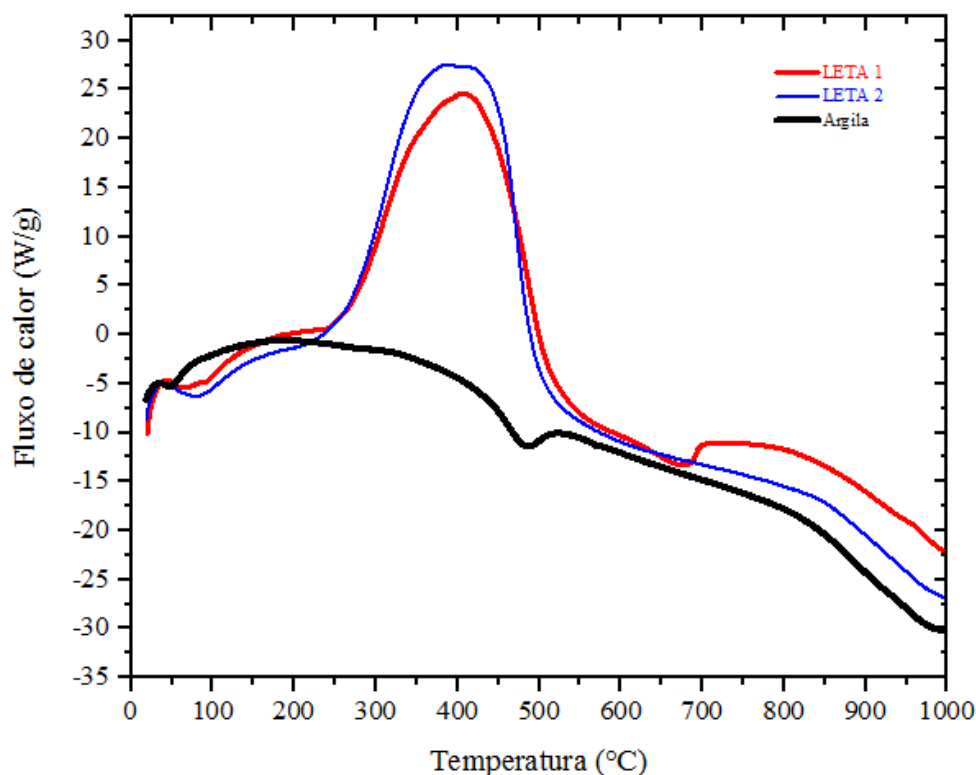
O evento térmico mais expressivo, para Leta (1) 191,69°C a 567,71°C e para Leta (2) 192,91°C a 564,94°C, assim como na argila, é a transição de Caulinita para Metacaulinita.

É observado um terceiro evento térmico (Figura 22) que pode ser correlacionado ao tratamento do lodo. Tal evento representa o desprendimento do CO₂ fase calcítica (CaCO₃) 602,29°C – 698,29°C. Ocorre no DSC para Leta 1 dois eventos de perda de energia que coincidem com a perda de água estrutural e desagregação da calcita.

O Leta 1 e Leta 2 apresentam perda de massa em eventos antecedentes a 100°C, (Figura 22). Para o primeiro caso em 53,63°C há uma perda de massa de 10,58% e para o segundo caso a 74,59°C a 11,44%, a perda inicial de massa para ambos os casos condiz à perda de água.

Os resultados das análises de DSC podem ser observados na figura 23.

Figura 23. Análise de DSC.



Sob análise de DSC (Figura 23) a amostra de argila passou por transformações exotérmicas e endotérmicas. São observados dois picos endotérmicos, um em 49,10°C e outro em 486,26°C, bem como na DTG, respectivamente, representam perda de massa de água e transformação da Caulinita e Metacaulinita.

O primeiro pico endotérmico apresenta calor latente equivalente a 1,546 J.g⁻¹. O segundo 1,121 J.g⁻¹ o que pode ser justificado pela quantidade de energia recebida para que no primeiro evento haja adsorção da molécula de água, e o segundo momento energia fornecida para iniciar o processo de transformação de Caulinita em Metacaulinita. Após o fornecimento de energia ao sistema são observadas as transformações seguidas pelos demais picos Exotérmicos.

Ao analisar a DSC pode-se considerar a incidência de eventos simultâneos em faixas de temperaturas semelhantes, ou seja, além de a Caulinita sofrer mudança na sua estrutura cristalina em um evento térmico, pode-se considerar a alteração das fases do Quartzo α para Quartzo β em um novo evento simultâneo a conversão de Caulinita para Metacaulinita, que ocorre em uma faixa de temperatura de aproximadamente 570°C a 575°C (DOLINO, BACHHEIMER e ZEYEN, 1983). Simultaneamente ao segundo evento térmico através da figura 23, observa-se uma perda de energia acentuada até aproximadamente 800°C, o que

pode ser justificado pela transição do Quartzo β para Tridimita (ARITONANG, 2018).

Nota-se que a análise da derivada da curva de perda de massa, entre 200°C a 550°C, expressa resultados similares ao Leta 1, indicando os mesmos eventos térmicos descritos em Leta 1, o que diferencia os lodos é o terceiro evento em Leta 1 proveniente de tratamento químico e inexistente em Leta 2.

A DSC do Leta 2 (Figura 23), demonstra valores próximos a Leta 1, que podem ser observados e comparados na tabela 15. No Leta 2 não houve tratamento químico da amostra, desta forma não há presença de argilominerais a base de cálcio com composição e estrutura cristalina significativa como em Leta 2, o que pode ser observado na figura 23.

Para fim de comparação ao observar as três amostras nota-se proximidade dos valores dos eventos em Leta 1 e Leta 2, o que pode considerar que o tratamento químico altera parcialmente a composição de fases dos materiais.

Quanto à argila é observado que a perda inicial de massa é a medida do valor encontrado nos primeiros eventos térmicos dos lodos o que pode indicar que a argila seja menos higroscópica que os lodos e, portanto, tenha perdido menor porcentagem de água estrutural.

5.5. Plasticidade da Argila e Letas

Para amostra de argila foi calculado o Limite de Liquidez (LL), Limite de Plasticidade (LP) e Índice de Plasticidade (IP), conforme a tabela 16.

Tabela 16. Valores de LL, LP e IP da argila.

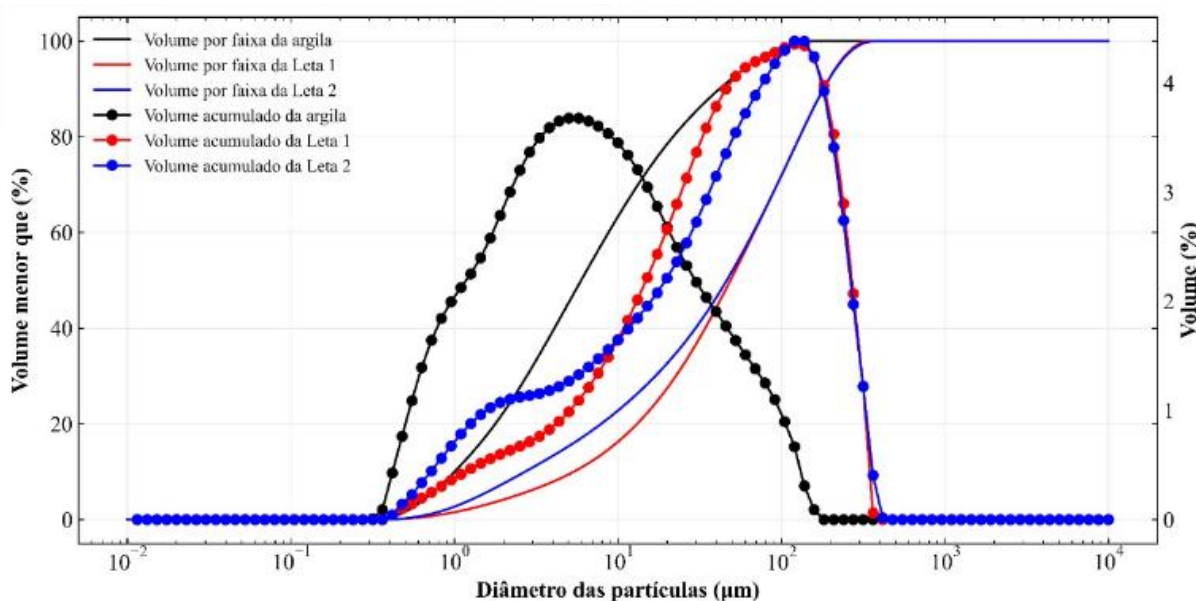
Parâmetros de plasticidade do solo	%
Limite de Liquidez	54,48
Limite de plasticidade	35,79
Índice de plasticidade	18,69

Portanto a argila em questão apresenta um valor máximo de LP de 35,79% para boa trabalhabilidade. Com o IP acima de 15% a argila é considerada altamente plástica, conforme Caputo (1981). No entanto o Leta não apresenta plasticidade.

5.6 Granulometria da Argila e Letas

A análise de distribuição granulométrica, (Figura 24) demonstra que há uma grande concentração de partículas com variação de diâmetro de entre 5 μm a 7 μm , por faixa volumétrica de 3 a 3,5%. A curva para a argila demonstra maior granulométrica de partículas com 7 μm . Foi observado que a argila analisada apresentou diâmetros de partículas entre 0,16 μm a 130 μm .

Figura 24. Curva de distribuição de tamanho de partículas da argila.



Há maior concentração de partículas de 5,75 μm com volume de concentração de 3,5%. O que indica que a argila possui boa plasticidade, pois valores abaixo de 20 μm expressam tal característica, e de acordo com Oliveira (2015) quanto menor a granulometria melhor a trabalhabilidade do material para a fabricação de artefatos cerâmicos.

O Leta 1, apresentou granulometria entre 0,41 μm a 363,07 μm , e há maior concentração de partículas de 120,22 μm com volume de 4,3%, indicando diferença significativa em relação a argila. As distribuições granulométricas do Leta 1 e Leta 2 são menos uniformes que a da argila, isso pode ser observado pelo deslocamento das curvas diâmetro das partículas por volume em ambos. O Leta 1 possui uma granulometria mais uniforme que o Leta 2, podendo ser um indicativo do efeito do tratamento do lodo (Figura 24).

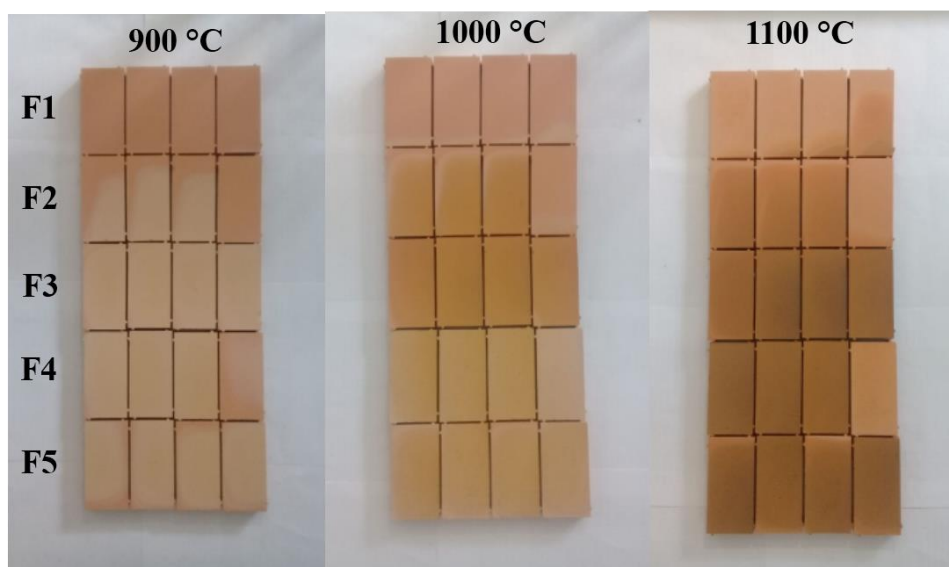
O Leta 2, apresentou granulometria entre 0,41 μm a 416,86 μm , com predominância

de diâmetros com $120,22 \mu\text{m}$ com volume de 4,3 % assim como no Leta 1 (Figura 24). É possível observar poucas diferenças nos diâmetros obtidos entre os Letas. No entanto, nota-se diferença significativa entre a granulometria obtida nos Letas e na argila.

5.7 Sinterização dos Corpos de Provas

A figura 25 apresenta os corpos de provas sinterizados de acordo com a porcentagem de Leta de cada formulação e suas devidas temperaturas de queima.

Figura 25. Corpos de provas sinterizados.

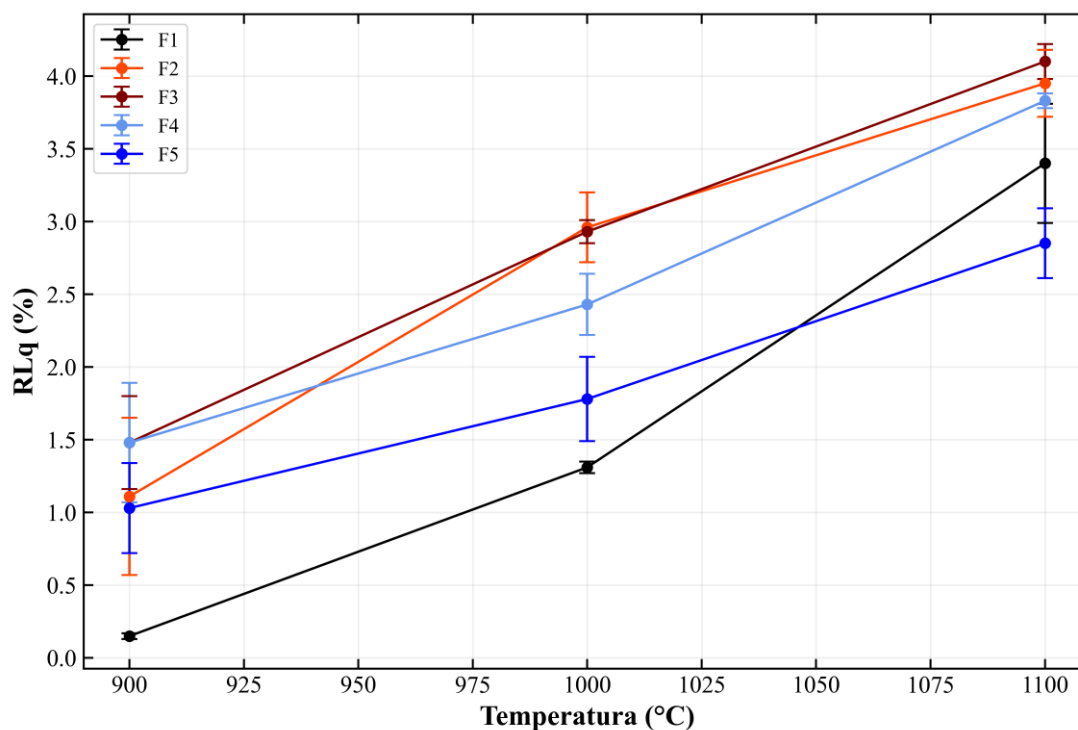


Os corpos de provas sinterizados apresentaram coloração avermelhada corroborando com Santana (2020), quanto o teor de ferro na argila acima de 3% confere a característica avermelhada nas peças cerâmicas após a queima. Verifica-se a mudança na tonalidade dos CPs. A coloração avermelhada, característica das cerâmicas vermelhas, vai mudando para uma tonalidade mais escura a partir do aumento da incorporação do Leta e o aumento da temperatura.

5.8 Retração Linear de Queima

O comportamento das formulações referentes as variáveis respostas do ensaio da retração linear de queima (RLq) podem ser observadas na figura 26.

Figura 26. Gráfico de retração linear das formulações.



A retração linear de queima (RLq) dos corpos de prova variou substancialmente de acordo com as temperaturas de queima. Todas as formulações referentes a temperatura de 900°C apresentaram retração linear inferior a 1,5%, enquanto que as formulações na temperatura de 1000°C, tiveram valores abaixo de 3%, e, com exceção da formulação F5, todas as formulações da temperatura de 1100°C apresentaram RLq superior a 3%.

De acordo Santos (2013) e Dondi (2006), a variação ótima para retração linear de queima para tijolos e telhas é $RLq < 3\%$, sendo para o paver cerâmico, as normas não especificam os requisitos referente a RLq.

Os valores para as formulações F1 (sem adição de resíduo) apresentaram os menores valores da RLq nas temperaturas de 900°C e 1000°C, enquanto que a F5 na temperatura de 1100°C apresentou menor valor de RLq. Como pode ser observado na F2 e F3 não houve variação significativa na temperatura de 1000°C, porém a temperatura afetou a RLq assim como a quantidade de Leta.

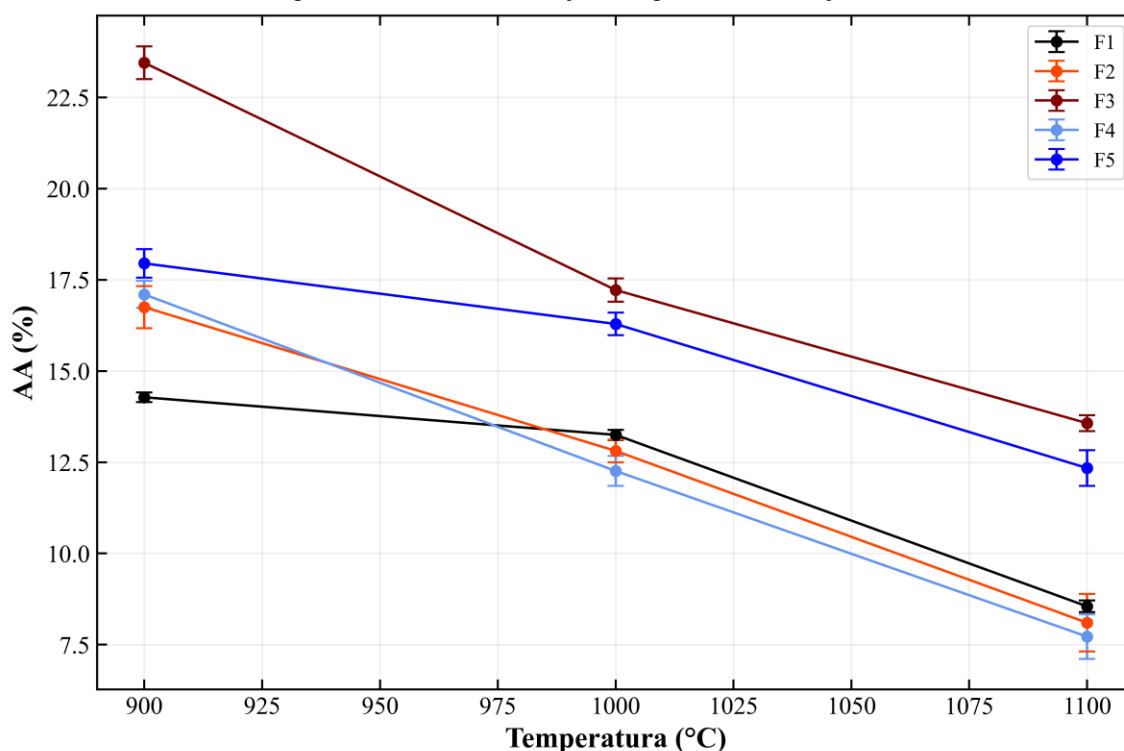
No entanto, os valores obtidos por Santos (2013) reportam similaridade no comportamento a RLq, onde há o aumento proporcional da RLq em função da temperatura. Santos (2013) demonstrou em seus resultados que a retração linear de queima, bem como a encontrada neste estudo, é diretamente proporcional com o aumento da temperatura, e a fração de resíduo empregado nas formulações pode influenciar na retração.

Geralmente os valores de RLq variam de acordo com a fração de resíduo empregado, sendo que não existe norma que define as propriedades tecnológicas para paver cerâmicos, porém os valores com alto teor de resíduos mais plásticos do que a argila sugere aumento da retração linear, afirma Santos (2013).

5.9 Absorção de Água

A Figura 27 expõe os valores de absorção de água (AA) das formulações, sendo observada a variação acentuada da AA mediante a variação de temperatura. A absorção de água variou proporcionalmente a quantidade de resíduo, o que também pode ser observado nos resultados de Santos (2013).

Figura 27. Gráfico de absorção de água das formulações.



Como pode ser observado na figura 27, os corpos de prova que apresentaram menor AA após a queima foram os que inversamente apresentaram maior retração linear, corroborando com Santos (2013). Na temperatura de queima de 1000°C as formulações F1, F2 e F3, assim como todas as formulações da temperatura de 1100°C, atenderam às exigências da norma no que tange à AA para produção de paver cerâmico para o tipo de tráfego leve; segundo a norma ASTM C902/2015 para paver cerâmico, classe Mx, o valor da AA $\leq 14\%$.

De acordo com Santana (2020) a porcentagem de resíduo influencia na absorção de

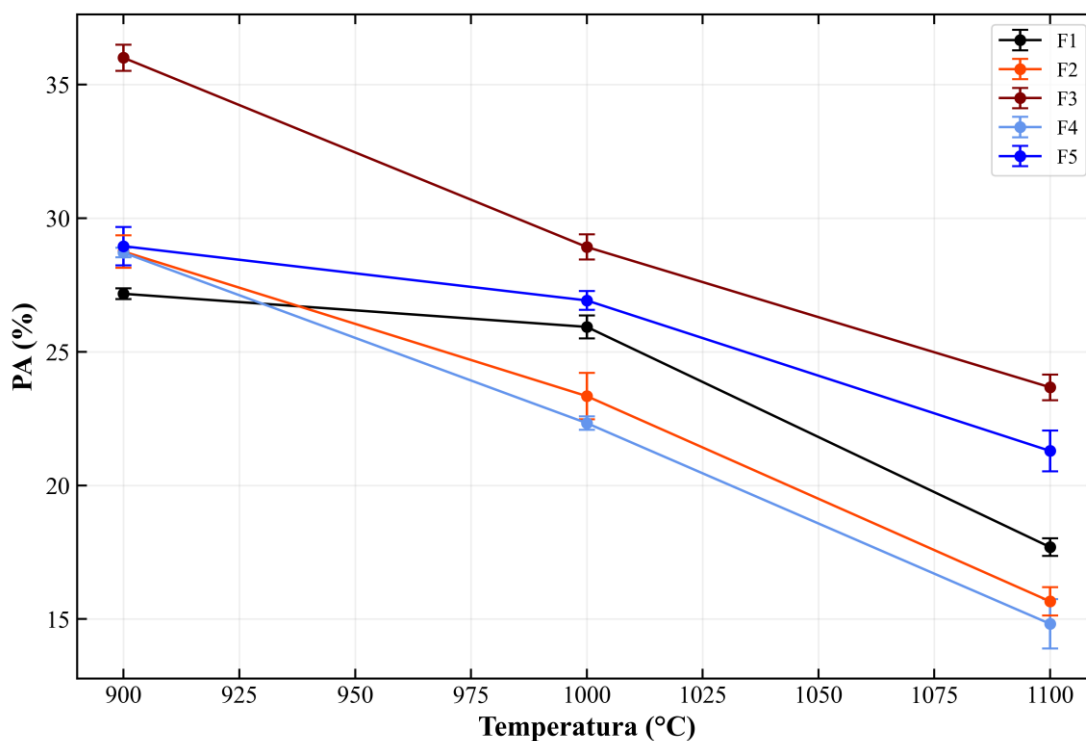
água quando incorporada a frações argilosas, fenômeno que pode ser observado na figura 27, onde é notável o aumento da absorção de água quando são acrescentados 20% de Leta (F3 e F5). Os menores valores de AA ocorreram nas formulações F2 e F4 na temperatura de queima de 1100°C. Santos (2013) explica que essa diminuição da absorção de água, além da influência de temperatura, deve-se ao favorecimento da distribuição granulométrica, pelo aumento da quantidade de finos e grossos e consequente diminuição dos médios na massa.

Santos (2013) também reporta resultados similares quando a proporção fração argilosa mais resíduo. Para as ABNT 15310, 15270-1 e 15270-2 todo os corpos de prova com valores inferiores a 20% estão de acordo para a fabricação de artefatos cerâmicos estruturais e para tal aplicação a formulação F3/900°C estaria descartada para esse fim usando o parâmetro AA. Para as normas da ABNT todas as formulações apresentaram valores dentro do regulamentado, porém para a norma ASTM C902/2015 para paver cerâmico os valores de AA devem ser $\leq 14\%$, dessa forma a temperatura a 1100°C foi a única que apresentou valores de acordo com o normatizado. As demais formulações excederam os valores esperados.

5.10 Porosidade Aparente

Na figura 28 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** estão expostos os valores de porosidade aparente (PA), e é observada a diminuição dessa propriedade em função da temperatura de queima.

Figura 28 - Gráfico de Porosidade Aparente das formulações.



A porosidade aparente, bem como a AA seguem a mesma influência da temperatura, uma vez que são propriedades tecnológicas que têm uma correlação direta, ou seja, maior quantidade de poros e maior absorção de água, sendo confirmado por Santos (2013) o qual afirma que ocorre a diminuição de PA de acordo com o aumento de temperatura.

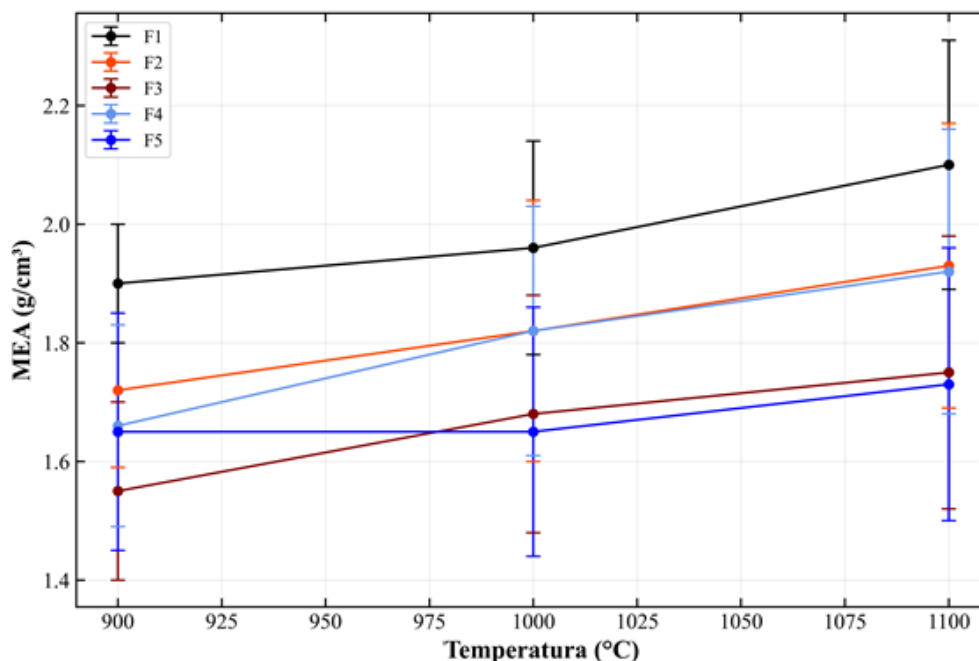
Os maiores valores de porosidade aparente, conforme a figura 28, ocorrem nas formulações com as temperaturas de 900°C. A partir de 1000°C é observada a diferença de PA entre as formulações, sendo F3 o maior valor. Enquanto que as formulações de 1100°C apresentaram os menores valores para PA, sendo F2 e F4. No entanto, o maior valor de PA foi observado pela formulação F3 em comparação as demais formulações.

De acordo com Santos (2013), espera-se que os corpos de provas apresentaram maior retração linear de queima, tenham menor porosidade, conseqüentemente, menor absorção, uma vez que os espaços dos poros são preenchidos por fundentes, havendo assim um aumento na retração linear.

5.11 Massa Específica Aparente

Na figura 29 estão expostos os valores de massa específica aparente (MEA) sendo observada a variação dessa propriedade em função da temperatura de queima e adição de resíduo, apresentando baixa variação entre as formulações nas variações significativa em função da temperatura.

Figura 29. Massa específica aparente das formulações.



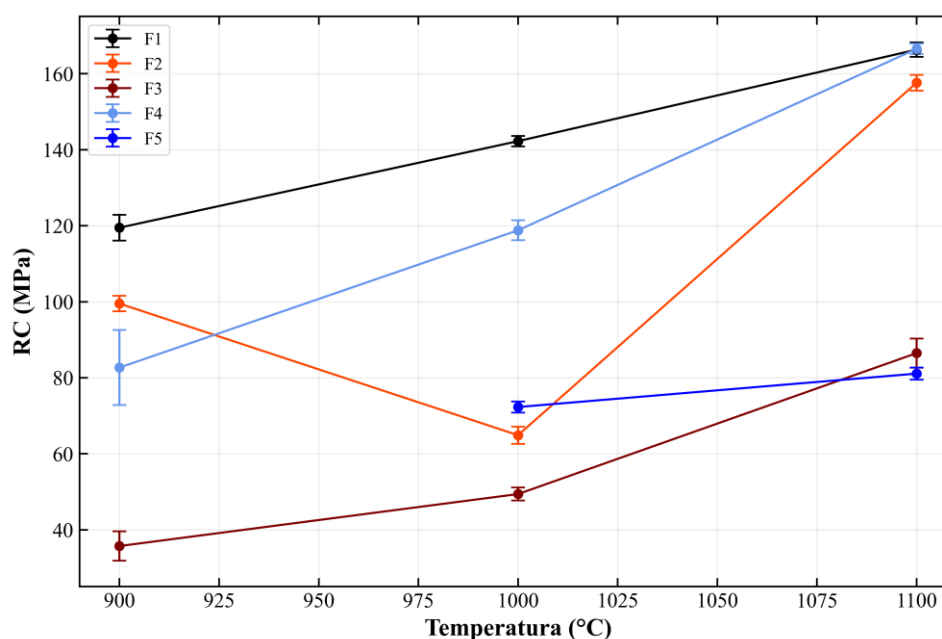
De acordo com a **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, a MEA variou de 1,55 g/cm³ na F3/900°C e 1,93 g/cm³ na F2/1100°C. Sendo que os maiores valores da MEA foram apresentados nas F2 e F4, com valores 1,93 g/cm³ e 1,92 g/cm³ respectivamente, na temperatura de 1100°C, conforme a **Erro! Fonte de referência não encontrada.**³⁵. Segundo Santos (2013), esse fato ocorre devido ao menor números de poros, em face a maior quantidade de finos e consequentemente maior grau de densificação.

Enquanto que as formulações de F3 e F5, com maior fração de lodo de ETA apresentaram valores menores de MEAs, o que é justificável se comparado ao valor da F1 (100% argila). Quanto a temperatura, a influência entre as formulações se fizeram evidente a partir de 1000°C, sendo um indicativo para a temperatura ideal de queima do paver. Santana (2020) apresentou valores similares para a comparação entre as formulações com resíduo e a formulação sem resíduo.

5.12 Resistência à Compressão

A figura 30, apresenta os resultados dos ensaios de resistência à compressão uniaxial para as formulações nas condições de queima, os quais pode-se verificar que todas as formulações atendem aos requisitos mínimos da norma ASTM C-902/2015 Mx, que especifica valores padrões para produção de bloco intertravado cerâmico (paver cerâmico) $R_c = 20,7$ MPa.

Figura 30. Resistência à Compressão das formulações



Na Figura 30, observa-se que a F3 e F4 apresentaram um acréscimo nos valores conforme foi aumentando a temperatura de queima, sendo que a F3 apresentou valores variando de 35,74 MPa a 86,49 MPa e a F4 apresentou os valores variando de 82,9 MPa a 166,55 MPa. As formulações F5 na temperatura de 900°C foram desconsideradas por ter ocorrido um efeito de esfrelamento dos corpos de provas e mesmo assim ofereceram resistência ao rompimento, não existindo confiabilidade na força aplicada no corpo de prova.

5.13 Análises Estatísticas – Leta 1

As análises estatísticas foram obtidas através do software Statistica 10.0 gerando modelos lineares ajustados com suas respectivas equações. E através de tais modelos foi possível identificar as variáveis dependentes (RLq, AA, PA, MEA e RC) e configurações em função da temperatura de sinterização (TS) e porcentagem de resíduo (PR). Para cada resíduo (Leta 1 e Leta 2) foi realizado um tratamento estatístico baseado na análise fatorial 2². A validação dos modelos foi verificada conforme Santana (2020) e Santos (2013) por meio de análise de variância ANOVA com limite de confiabilidade não inferior a 95%.

A tabela 17 expõe as condições para os resultados das variáveis dependentes RLq, AA, PA, MEA e RC para o Leta 1. Os resultados foram obtidos por meio das médias de cada formulação.

Tabela 17. Condições para os resultados das variáveis dependentes.

COND.		LETA 1 (%)	TS (°C)	RLq (%)	AA (%)	PA (%)	MEA (g/cm ³)	RC (Mpa)
C1	F1	0	900	0,15	14,28	27,17	1,90	119,50
C2	F1	0	1100	3,40	8,55	17,69	2,10	166,34
C3	F3	20	900	1,48	23,45	36,00	1,55	35,74
C4	F3	20	1100	4,10	13,57	23,67	1,75	86,49
C5	F1	0	1000	1,31	13,25	25,93	1,96	142,26
C6	F3	20	1000	2,93	17,22	28,92	1,68	49,41
C7	F2	10	900	1,11	16,75	28,75	1,72	99,53
C8	F2	10	1100	3,95	8,10	15,66	1,93	157,63
C9	F2	10	1000	2,96	12,81	23,34	1,82	64,90
C10	F2	10	1000	2,96	12,81	23,34	1,82	64,90

5.13.1 Equações Quadráticas

As equações de validação do modelo geradas para cada propriedade analisada estão representadas a seguir. Cada equação quadrática representa um modelo polinomial ajustado posteriormente em regressões para otimização dos pontos convergente ao ajuste linear.

$$\mathbf{RLq} = 23,5535 + (0,318615 \times \text{Leta1}\%) + (0,00501 \text{ Leta1}\%^2) + (0,034377 \times \text{TS}^2) + 0,009142 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}).$$

$$\mathbf{AA} = 10,22 + (0,84230 \times \text{Leta1}\%) + (0,024892 \times \text{Leta1}\%^2) + (0,034084 \times \text{TS}^2) - 0,00071 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}) + (0,000032 \times \text{TS}^2) - 0,00103 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}).$$

$$\mathbf{PA} = -47,04 + (0,21 \times \text{Leta1}\%) + (0,03995 \times \text{Leta1}\%^2) + (0,19 \times \text{TS}) - (0,00012 \times \text{TS}^2) - 0,00071 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}).$$

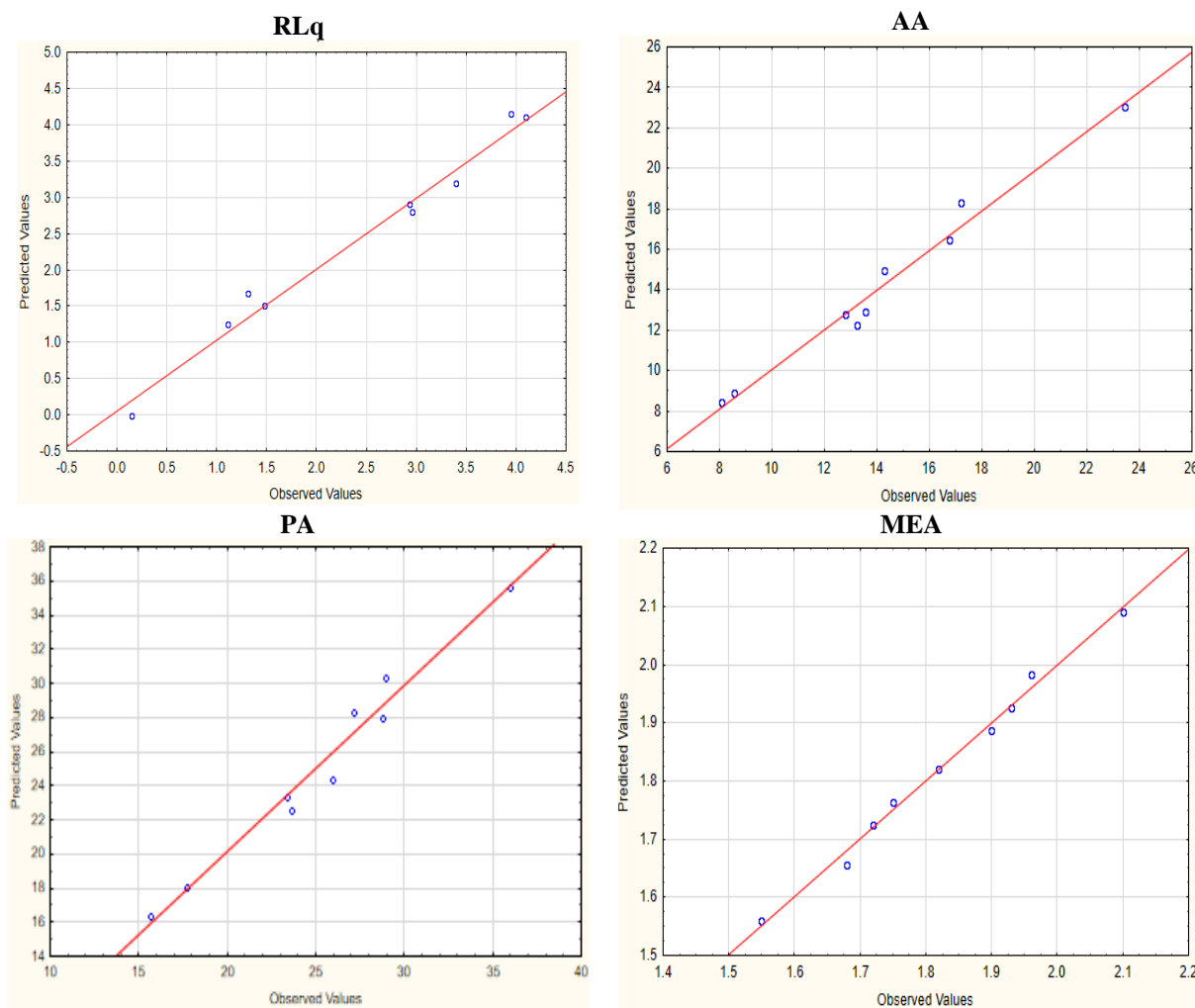
$$\mathbf{MEA} = 1,466 + (0,016333 \times \text{Leta1}\%) + (0,00004 \times \text{Leta1}\%^2) + (0,016118 \times \text{TS}^2) + 0,00005 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}).$$

$$\mathbf{RC} = 24,87 - (4,86769 \times \text{Leta1}\%) + (0,019207 \times \text{Leta1}\%^2) + (5,91514 \times \text{TS}^2) + (0,03082 \times \text{TS}^2) - 0,09775 \times (\text{Leta1}\% \times \text{TS}).$$

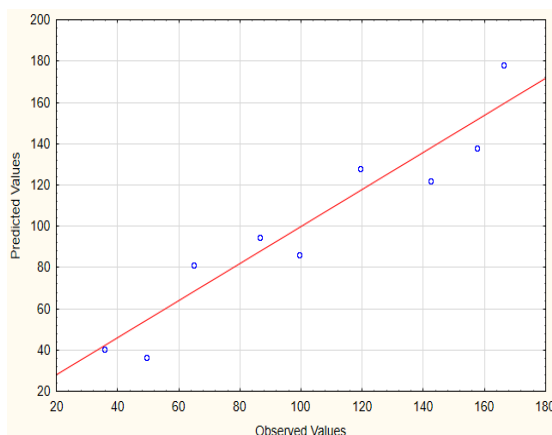
5.13.2 Ajustes das Equações ao Modelo Linear

O ajuste das equações ao modelo linear apresenta a previsão dos pontos de ajuste. A proximidade dos valores a reta expressa coerência dos resultados. Na figura 31, RLq e MEA são observados valores muito próximos a reta indicando alta coerência para as propriedades RLq e MEA. As demais propriedades também apresentaram valores aceitáveis visto que todos os pontos de ajuste se encontram deslocados com variação inferior a 5%.

Figura 31. Gráfico do modelo de ajuste linear da RLq, AA, PA, MEA e RC.



RC



5.13.3 Análise de Variância (ANOVA)

Com o modelo ajustado após o planejamento fatorial e geração das equações com base nas variáveis dependentes, foi realizada a análise de variância ANOVA expressa a significância dos valores de variáveis independentes em relação as variáveis dependentes (Tabela 18). Através dos resultados é possível identificar que o comportamento dos resultados médios em função da temperatura não ocorre de forma discrepante para todas as propriedades exceto para a RC, cujos valores encontram em níveis amostrais diferentes, o que é possível identificar nessa propriedade, RC, em função da temperatura de queima que expressa valores com respostas diferentes a cada porcentagem de Leta 1.

Nas temperaturas de queima 900°C e a 1100°C o comportamento mecânico de cada porcentagem de Leta 1 agregado variou substancialmente e pode ser observado pela análise de variância por disparidade. O que não ocorre nas demais propriedades.

A variação do coeficiente R^2 também indica maior convergência nos valores uma vez que estão todos próximos a 1 apontam melhor ajuste amostral. Novamente pode ser observada variação dos valores de RC em função das formulações uma vez que o R^2 para essa propriedade ficou abaixo do limite de 0,95 ou 95%.

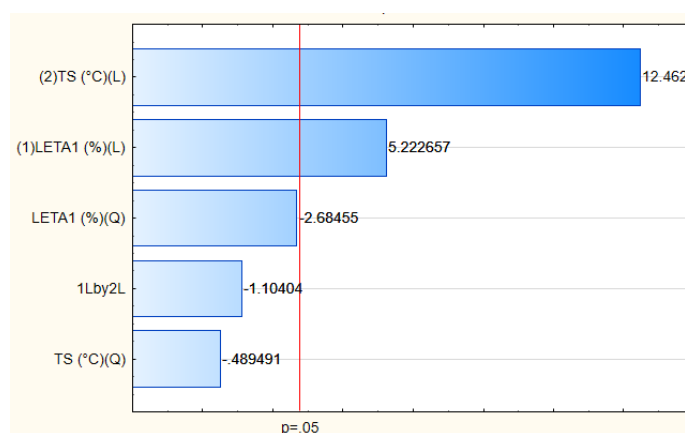
Tabela 18. Tabela Anova – Leta 1

		ANOVA						
		SQ	GL	MQ	Fcal	Ftab	R^2	Significância
RLq	Regressão	12,64	7	3,30	27,27	8,89	0,97958	Significativo
	Resíduos	0,02	3	0,02				
	Falta de ajuste	0,09	1	0,09	1,21	0,33		Preditivo
	Erro puro	0,32	4	0,08				
	Total	15,94	9					

AA	Regressão	120,37	7	54,96	62,80	13,72	0,98004	Significativo
	Resíduos	3,63	3	1,21				
	Falta de ajuste	3,50	1	1,16	4,30	9,08		Preditivo
	Erro puro	2,14	4	0,87				
	Total	175,34	9					
PA	Regressão	299,70	7	52,80	26,06	6,95	0,97334	Significativo
	Resíduos	4,23	3	2,03				
	Falta de ajuste	2,03	1	2,03	1,00	16,11		Preditivo
	Erro puro	8,10	4	2,03				
	Total	303,93	9					
MEA	Regressão	161,63	7	62,18	26,36	12,15	0,99255	Significativo
	Resíduos	4,38	3	1,12				
	Falta de ajuste	2,65	1	2,65	2,28	7,27		Preditivo
	Erro puro	1,66	4	0,42				
	Total	223,81	9					
RC	Regressão	1042,07	7	103,07	22,38	8,25	0,89802	Significativo
	Resíduos	8,61	3	8,61				
	Falta de ajuste	3,82	1	3,82	0,78	9,33		Preditivo
	Erro puro	1,95	4	4,89				
	Total	1145,14	9					

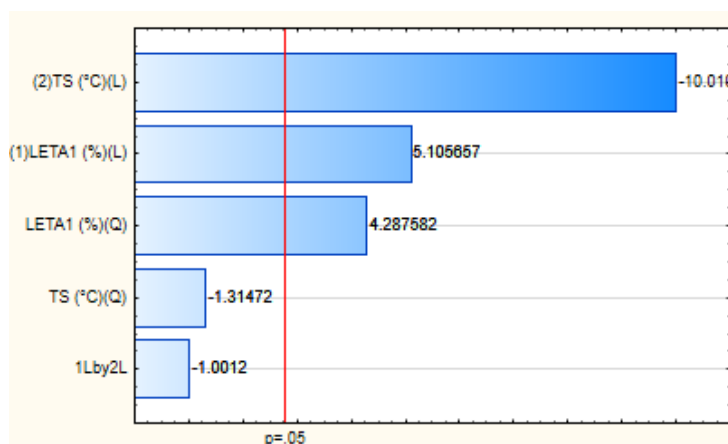
5.13.4 Diagrama de Pareto

Figura 32. Diagrama de Pareto para a Retração Linear de Queima.



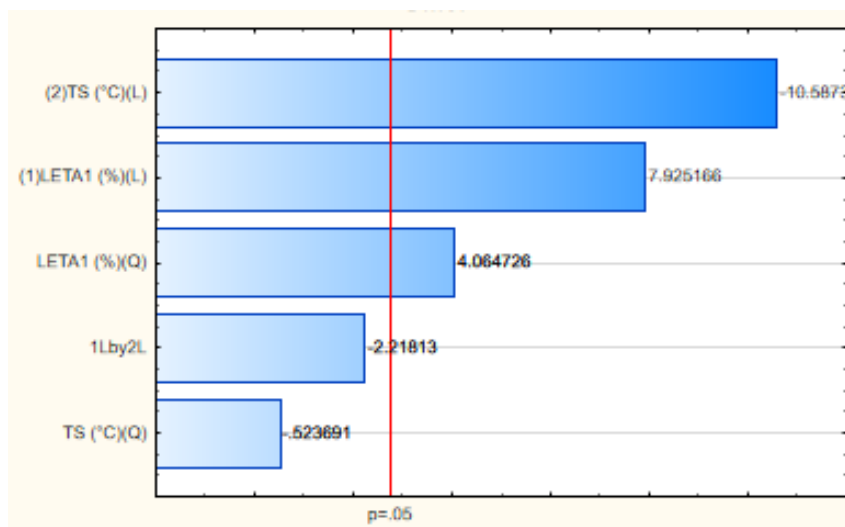
No Diagrama de Pareto para a retração linear de queima (Figura 32) é observado que a temperatura de sinterização (TS) influencia muito mais a RLq quando comparada à porcentagem de Leta 1 (PR), assim como observado nas propriedades PA e AA. O modelo de ajuste linear também indica coerência para essa propriedade e a proporcionalidade no diagrama pode ser justificada de acordo com Santana (2020) pela temperatura diretamente proporcional a RLq, quanto maior a temperatura, maior será a RLq.

Figura 33. Diagrama de Pareto para Porosidade Aparente.



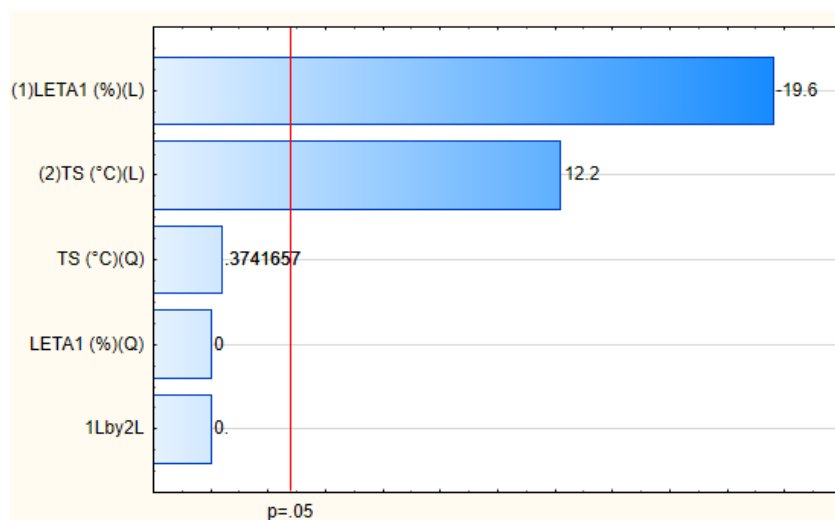
Através do Diagrama de Pareto para a porosidade aparente (PA), figura 33, é possível observar a influência significativa da Temperatura (TS). De forma que a PA é inversamente proporcional a temperatura (SANTANA, 2020), ou seja, quanto maior a temperatura, menor a porosidade aparente. De acordo com Santos (2013) para tal fenômeno é justificado a densificação interpretada pelo sinal negativo no diagrama.

Figura 34. Diagrama de Pareto para Absorção de Água.



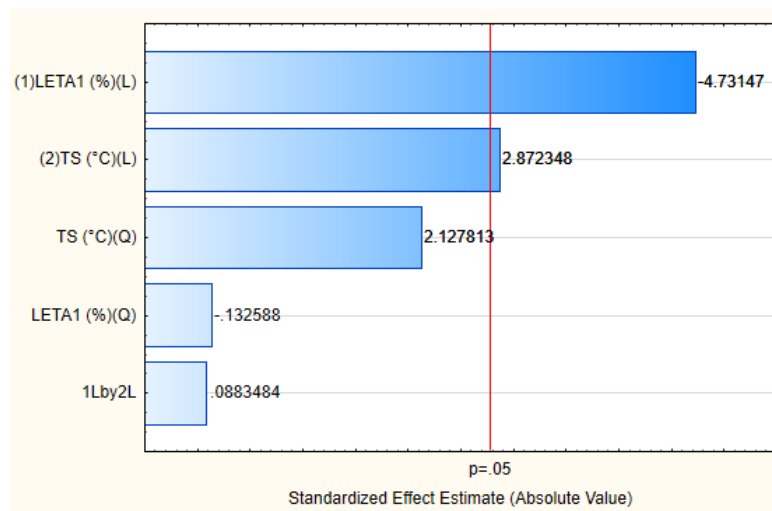
O diagrama correspondente Absorção de Água (AA), (Figura 34), demonstra um comportamento semelhante entre os resultados de PA e AA, são diretamente proporcionais, e isso é evidente por meio da análise gráfica, onde a uma significância em ambas as propriedades sendo a temperatura ainda a variável independente mais determinante para a divergências dos resultados entre as diferentes formulações.

Figura 35. Diagrama de Pareto da Massa Específica Aparente



Outra propriedade vinculada a PA e AA é a massa específica aparente (MEA), como pode ser observado no diagrama de Pareto figura 35. No entanto diferente das propriedades anteriores a propriedade independente determinante para influência da MEA é a porcentagem de Leta 1 empregada as formulações.

Figura 36. Diagrama de Pareto para Tensão de Ruptura à Compressão

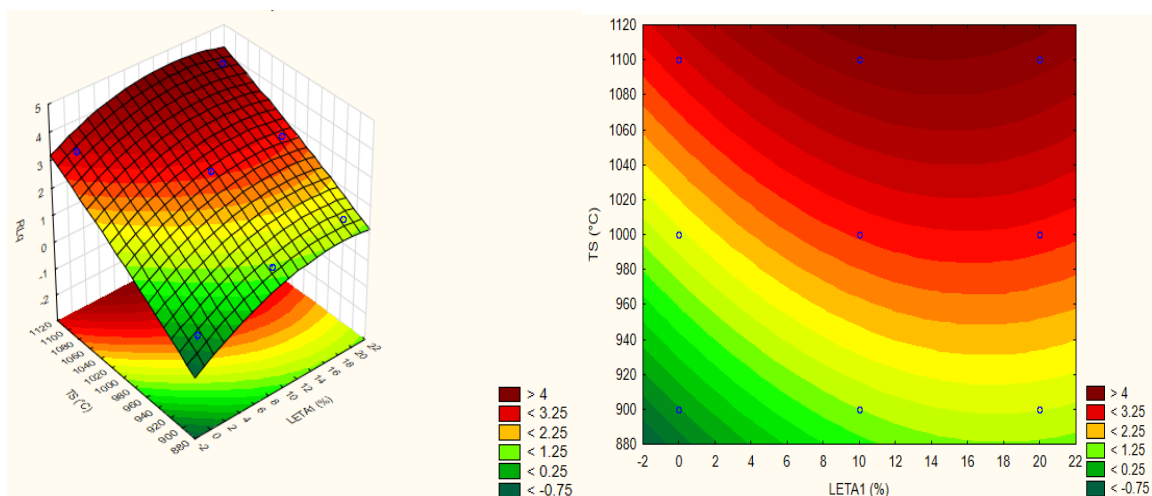


Quanto a ruptura a compressão (RC) há um indicativo pelo diagrama que a proporção de Leta 1 influenciou no comportamento de tal propriedade (Figura 36). De forma a determinar a variação do comportamento para cada temperatura. Ou seja, a proporção de Leta 1 para 900°C e 1100°C promoveram a otimização do material, principalmente em relação a F2.

5.13.5 Superfície Resposta

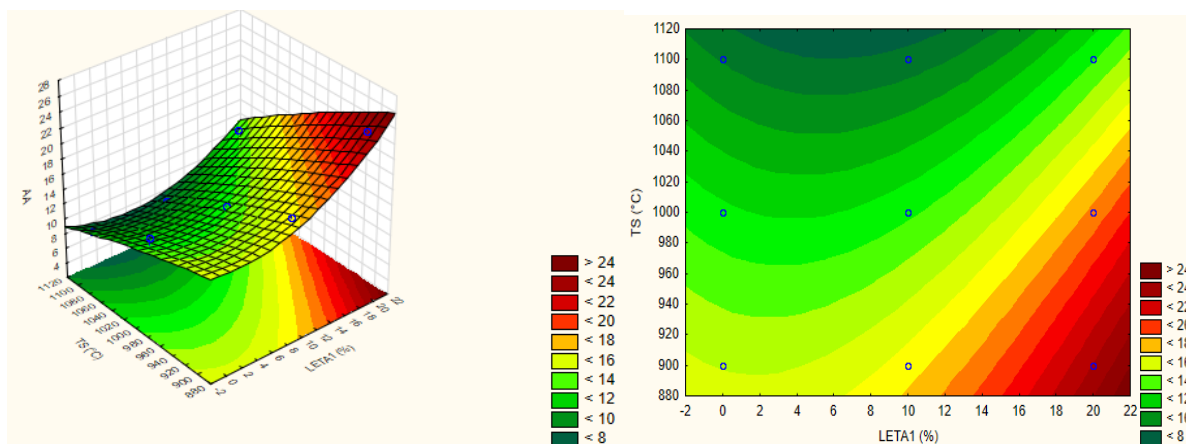
As superfícies de respostas foram analisadas de acordo com Santana (2020), visando buscar um resultado ótimo tentando possibilitar uma maior incorporação de resíduo na matriz argilosa, assim como uma maior economia de energia, diminuindo a temperatura de queima, sem afetar os valores das propriedades.

Figura 37. Superfície de Resposta e curva de nível para RLq (%)



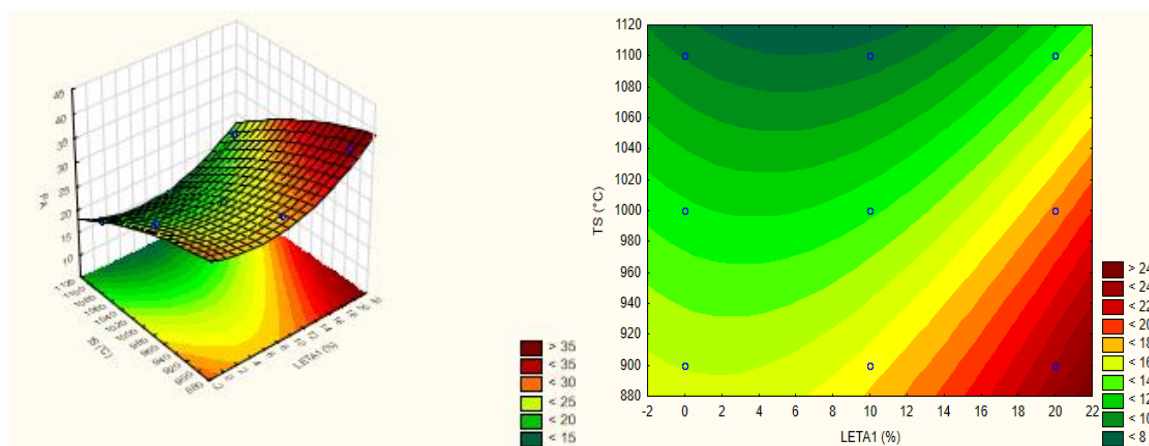
Por meio da figura 37 é possível observar através da superfície de resposta a curva de nível para RLq, que quanto maior a porcentagem de Leta 1 e maior a temperatura, maior será a retração linear de queima. Como já foi mencionado, não existe normas específicas para paver cerâmico referente a RLq, porém Santos (2013) e Dondi (2006) afirmam que a variação ótima para RLq para tijolos e telhas é $RLq < 3\%$, para tal região, compreende-se a curva de nível verde escuro até a curva amarelo escuro, sendo possível ótimo a incorporação máxima de 20% de Leta 1 com temperatura mínima, 900°C , o que favorece a economia de energia.

Figura 38. Superfície de Resposta para AA (%)



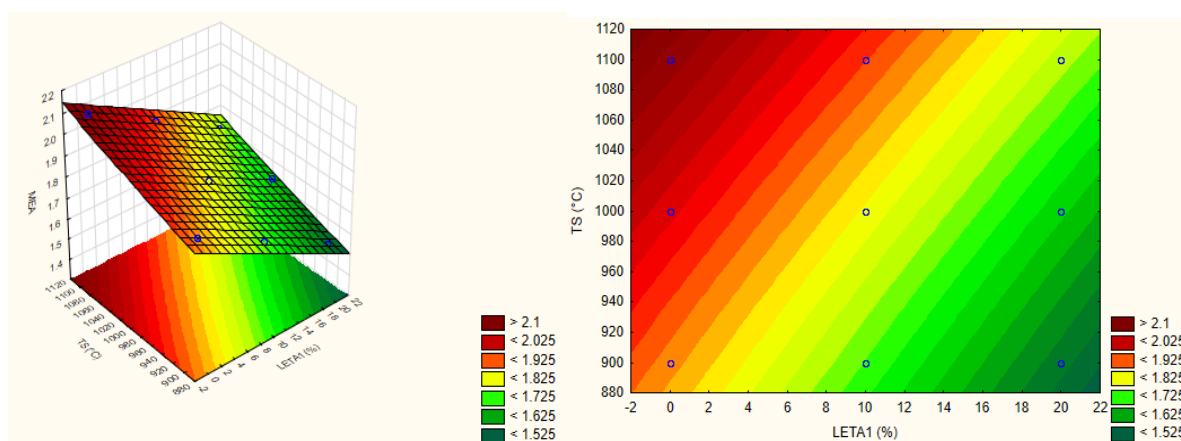
Quanto a superfície resposta e a curva de nível da A.A, observa-se na figura 38, que quanto maior porcentagem de Leta 1 e maior temperatura, menor será a absorção de água, conforme a norma ASTM C902-11 para paver cerâmico, classe Mx, o valor da AA $\leq 14\%$. Nesse sentido a região que compreende a curva de nível verde claro ao verde escuro, sendo o possível a incorporação de 20% de Leta 1 com a temperatura máxima de 1100°C, porém haverá maior consumo de energia.

Figura 39. Superfície de Resposta e curvas de níveis para PA.



NA figura 39, observa-se a superfície resposta e a curva de nível da PA, indicando que quanto maior a porcentagem de Leta1 e maior temperatura, menor será a PA, abrangendo a região verde claro a verde escuro, sendo possível a introdução de 20% de Leta 1 com temperatura máxima de 1100°C.

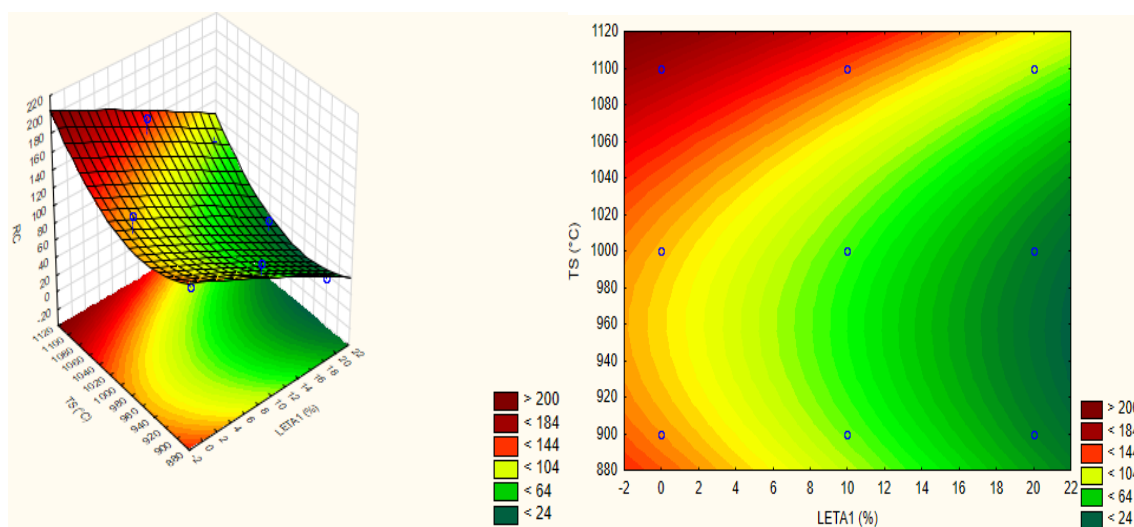
Figura 40. Superfície de resposta e curva de nível para MEA



A Figura 40 representa a superfície resposta e a curva de nível para MEA, e observa-se que quanto maior a porcentagem de Leta 1 e menor temperatura, menor será a MEA. Santos

(1989) recomenda que a massa específica aparente está entre 1,7 e 2,1 g/cm³ para argilas usadas na cerâmica vermelha. A região correspondente ao verde claro a vermelho claro atende a recomendação de Santos (1989). Portanto, é viável incorporar 20% de Leta 1 com temperatura mínima 900°C para confecção do bloco intertravado cerâmico (paver cerâmico).

Figura 41. Superfície de Resposta e curva de nível para RC



Verifica-se através da a superfície resposta e a curva de nível da RC, figura 41, que todas as formulações atendem aos requisitos mínimos da norma ASTM C-902 Mx, que especifica valores padrões para produção de paver cerâmico de $R_c = 20,7$ MPa.

5.14 Análises Estatísticas – Leta 2

A tabela 19 expõe as condições para os resultados das variáveis dependentes RLq, PA, AA, MEA, e RC para o Leta 2. Os resultados foram obtidos por meio das médias de cada formulação.

Tabela 19. Resultados das variáveis dependentes.

COND.	LETA 1 (%)	TS (°C)	RLq (%)	AA (%)	PA (%)	MEA (g/cm ³)	RC (Mpa)
C1 F1	0	900	0,15	14,28	27,17	1,90	119,50
C2 F1	0	1100	3,40	8,55	17,69	2,10	166,34
C3 F5	20	900	1,03	17,71	28,95	1,65	139,98
C4 F5	20	1100	2,85	12,34	21,29	1,73	81,10
C5 F1	0	1000	1,31	13,25	25,93	1,96	142,26

C6	F5	20	1000	1,78	16,29	26,92	1,65	72,31
C7	F4	10	900	1,48	17,51	28,71	1,66	82,69
C8	F4	10	1100	3,83	7,72	14,82	1,92	166,55
C9	F4	10	1000	2,43	12,26	22,33	1,82	118,81
C10	F4	10	1000	2,43	12,26	22,33	1,82	118,81

5.14.1 Equações Quadráticas

As equações de validação do modelo de Leta 2, regressões para otimização dos pontos convergentes ao ajuste linear.

$$\mathbf{RLq} = 28,8367 + (0,38676 \times \text{Leta2\%}) + (0,005642 \text{ Leta2\%}^2) + (0,032416 \times \text{TS}) + 0,009768 \times (\text{Leta2\%} \times \text{TS})$$

$$\mathbf{AA} = 13,76 + (0,8647 \times \text{Leta2\%}) + (0,0233 \times \text{Leta2\%}^2) + (0,03457 \times \text{TS}^2) - 0,00063 \times (\text{Leta2\%} \times \text{TS}) + (0,000225 \times \text{TS}^2) - 0,00376 (\text{Leta2\%} \times \text{TS}).$$

$$\mathbf{PA} = -79,7036 + (0,378 \times \text{Leta2\%}) + (0,27 \times \text{Leta2\%}^2) + (0,16 \times \text{TS}) - (0,00011 \times \text{TS}) - 0,00056 \times (\text{Leta2\%} \times \text{TS})$$

$$\mathbf{MEA} = 1,82 + (0,09852 \times \text{Leta2\%}) + (0,00002 \times \text{Leta2\%}^2) + (0,021646 \times \text{TS}) + 0,00005 \times (\text{Leta2\%} \times \text{TS}).$$

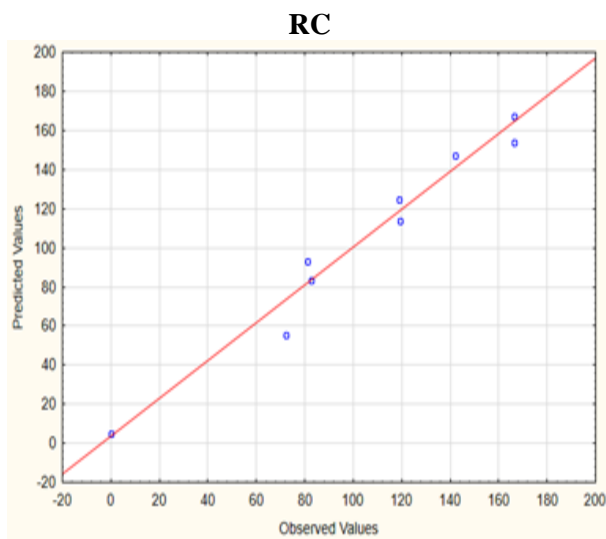
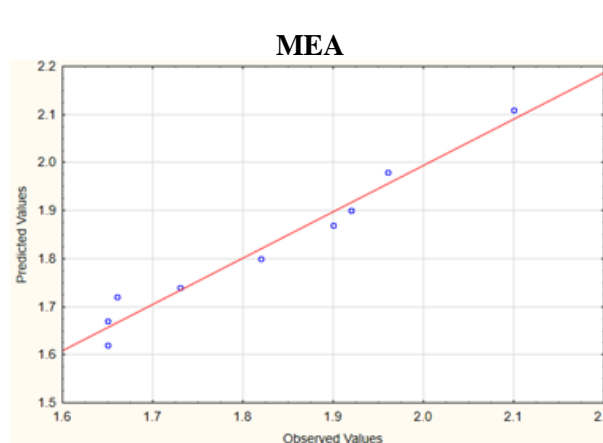
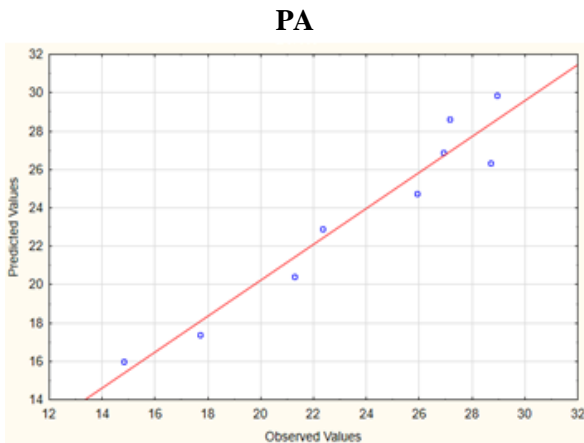
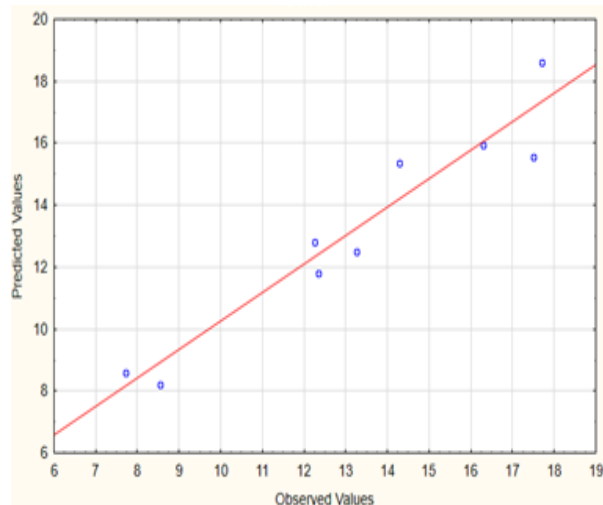
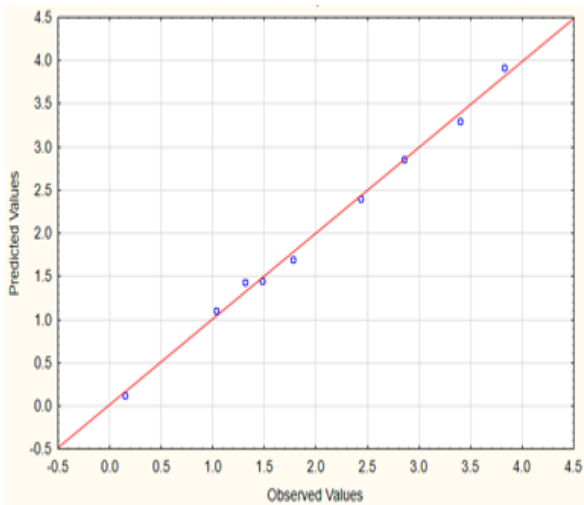
$$\mathbf{RC} = 26,36 - (4,178667 \times \text{Leta2\%}) + (0,012654 \times \text{Leta2\%}^2) + (7,78576 \times \text{TS}) + (0,0526218 \times \text{TS})$$

5.14.2 Ajustes das Equações ao Modelo Linear

Figura 42. Gráfico do modelo de ajuste linear da RLq, AA, PA, MEA, e RC para Leta 2.

RLq

AA



O ajuste das equações ao modelo linear apresenta a previsão dos pontos de ajuste (Figura 42). A proximidade dos valores a reta expressa coerência dos resultados. Na figura 42 são observados valores muito próximos a reta indicando alta coerência para as propriedades RLq e MEA, resultado similar ao observado em Leta 1. As demais propriedades também apresentaram valores aceitáveis visto que todos os pontos de ajuste se encontram deslocados com variação inferior a 5%.

5.14.3. Análise de Variância (ANOVA)

Assim como em Leta 1, o modelo foi ajustado após o planejamento fatorial para Leta 2 e geradas as equações com base nas variáveis dependentes, conforme a tabela 20.

Tabela 20. Tabela ANOVA - LETA 2.

ANOVA								
	Fonte de Variação	SQ	GL	MQ	Fcal	Ftab	R ²	Significância
RLq	Regressão	66,54	7	18,69	38,90	78,90	0,963567	Significativo
	Resíduos	1,43	3	0,91				
	Falta de ajuste	3,63	1	3,36	4,21	18,92		Preditivo
	Erro puro	14,74	4	0,45				
	Total	85,23	9					
AA	Regressão	92,01	7	43,27	25,41	14,57	0,982762	Significativo
	Resíduos	2,23	3	1,23				
	Falta de ajuste	2,87	1	2,87	3,62	17,31		Preditivo
	Erro puro	3,52	4	0,87				
	Total	135,28	9					
PA	Regressão	267,31	7	31,36	20,05	6,95	0,95986	Significativo
	Resíduos	6,34	3	1,88				
	Falta de ajuste	1,88	1	1,88	1,56	8,89		Preditivo
	Erro puro	7,98	4	0,76				
	Total	298,67	9					
MEA	Regressão	157,45	7	56,78	67,12	19,46	0,95386	Significativo
	Resíduos	3,627	3	3,22				
	Falta de ajuste	4,36	1	4,36	2,53	4,67		Preditivo
	Erro puro	8,87	4	1,36				
	Total	214,23	9					
RC	Regressão	581,57	7	207,66	7,37	12,42	0,973757	Significativo
	Resíduos	2,53	3	1,89				
	Falta de ajuste	7,32	1	7,32	2,53	5,62		Preditivo
	Erro puro	12,56	4	4,67				
	Total	789,23	9					

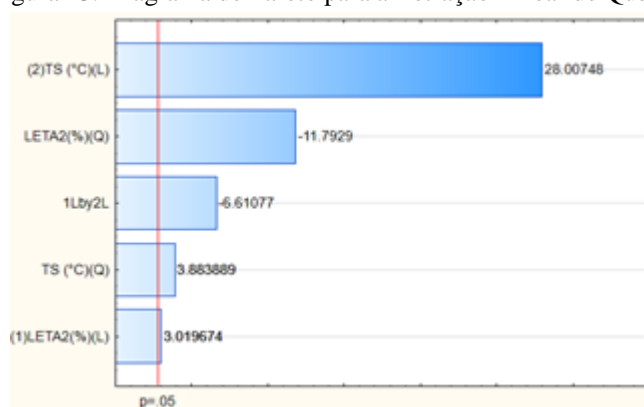
Para Leta 2, a variação do coeficiente R² também indica maior convergência nos

valores uma vez que estão todos próximos a 1 apontam melhor ajuste amostral. No entanto para Leta 1, a RC apresenta o R^2 abaixo do limite de 0,95 ou 95%.

5.14.4. Diagrama de Pareto

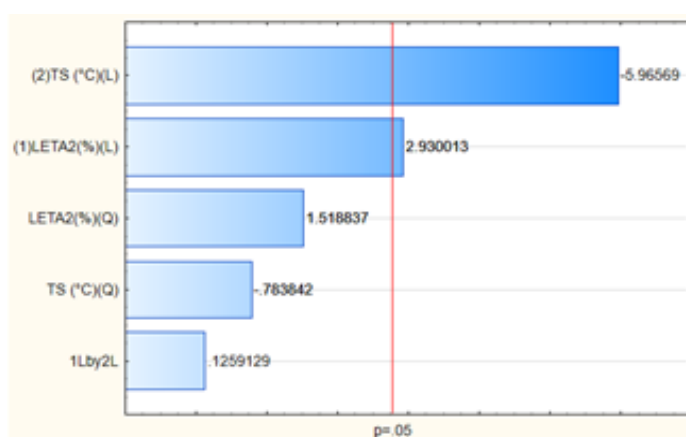
A retração linear de queima (RLq) de Leta 2, assim como em Leta 1, também é mais influenciada pela temperatura do que pela porcentagem de Leta, do mesmo modo observado nas propriedades PA e AA.

Figura 43. Diagrama de Pareto para a Retração Linear de Queima



O diagrama de Pareto (Figura 43) expressa elevada influencia dessa propriedade para as formulações de Leta 2, sendo maior do que para PA e AA. O que se deve ao fato de acordo com Santos (2013) de a RLq ser diretamente proporcional a temperatura.

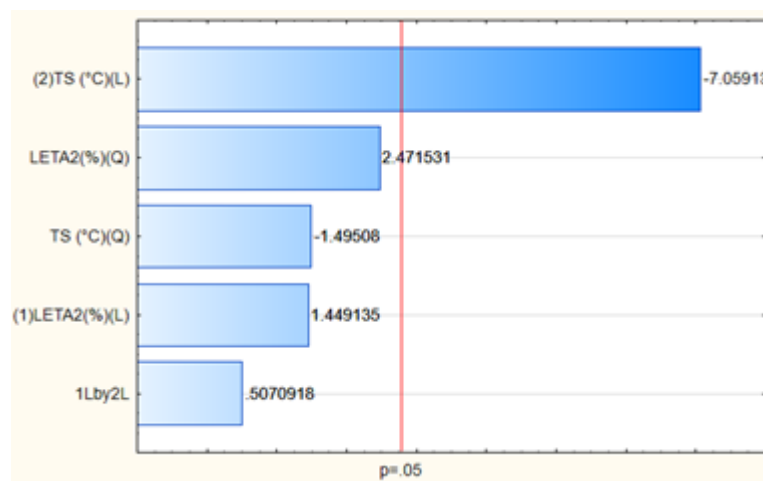
Figura 44. Diagrama de Pareto para Absorção de Água.



A absorção de água é diretamente proporcional a porosidade aparente, o que pode ser observado no Diagrama de Pareto (Figura 44) ambas as formulações apresentam comportamento semelhantes e expressam como variável dependente determinante a

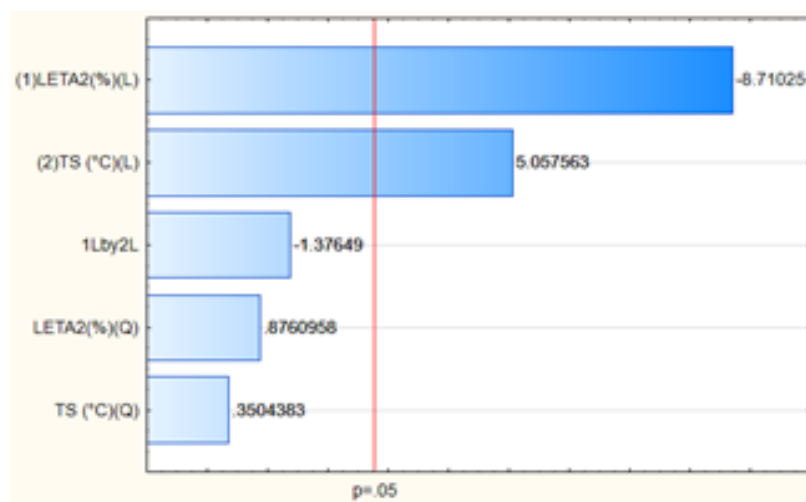
temperatura de queima.

Figura 45. Diagrama de Pareto para Porosidade Aparente



A figura 45 corresponde ao diagrama de Pareto da Porosidade Aparente (PA), assim como o ocorrido no caso de Leta 1, a quantidade de resíduo foi altamente influenciada pela temperatura de queima, influenciando o desempenho do material consideravelmente, conforme Santana (2020). Ambas as formulações F4 e F5, sob temperaturas de 1000°C e 1100°C reportam resultados dependentes da temperatura de queima, tais resultados podem ser confirmados pelo Diagrama de Pareto, que acusa a temperatura de queima como fator determinante para a PA.

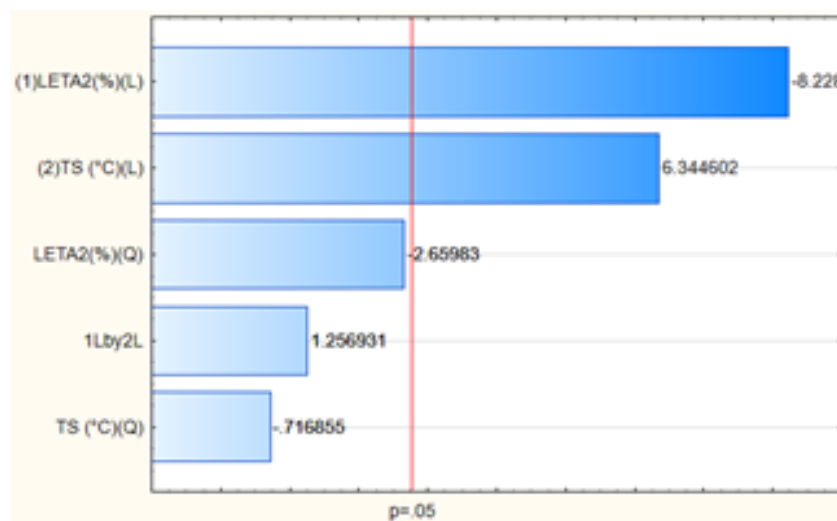
Figura 46. Diagrama de Pareto da Massa Específica Aparente



A massa específica aparente (MEA), como pode ser observado na figura 46, por sua

vez, assim diferente das demais variáveis independentes descritas anteriormente, expressa influência na quantidade de lodo adicionado as formulações.

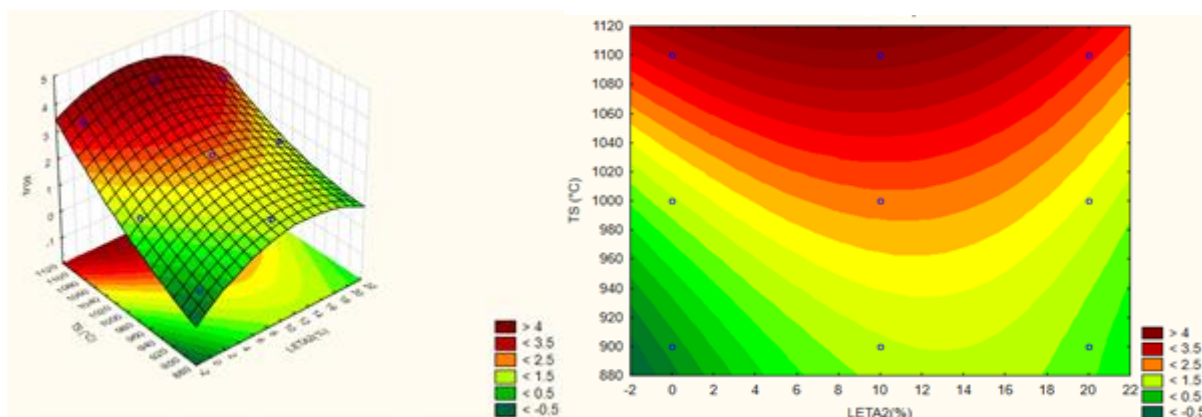
Figura 47. Diagrama de Pareto para Tensão de Ruptura à Compressão



A figura 47 corresponde ao Diagrama de Pareto da Resistência à Compressão. As formulações F4 e F5 com Leta 2 em relação a Resistência à Compressão, são afetadas pelo percentual de lodo incorporado nas massas cerâmicas. Assim como pode ser observado em análise similar para Leta 1.

5.14.5. Superfície Respostas

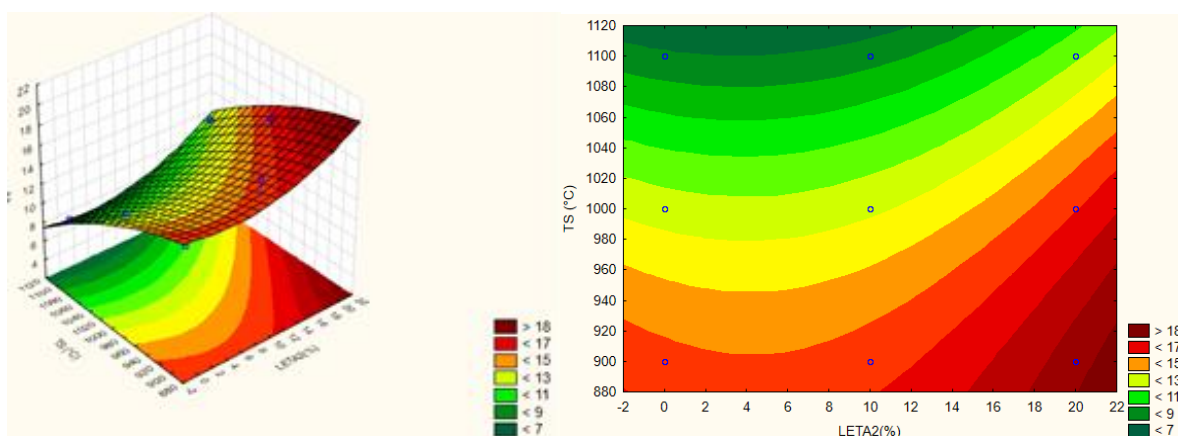
Figura 48. Superfície Resposta para Retração Linear de Queima



A retração linear de queima é influenciada pela temperatura de queima de acordo com Santana (2020) e Santos (2013) observa-se na superfície resposta (Figura 48) a influência de

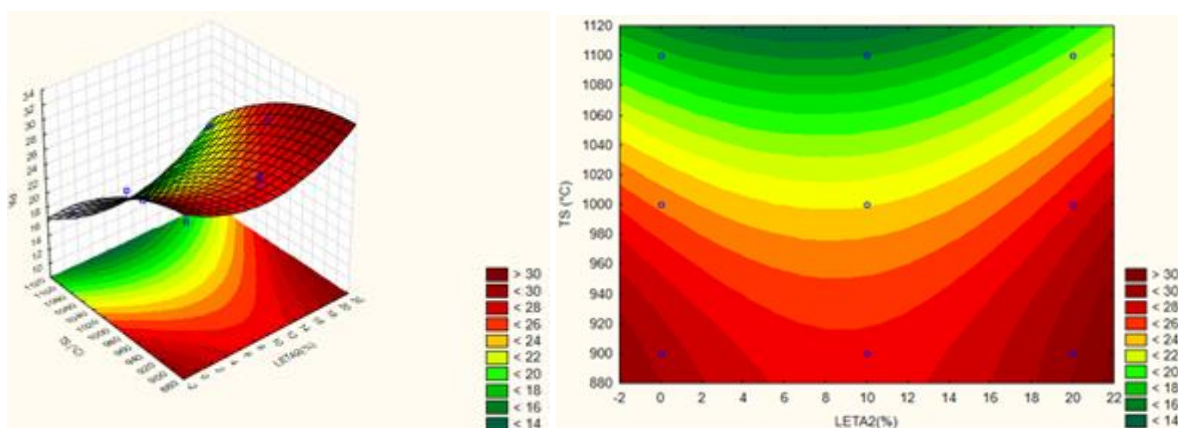
tais temperaturas na curva de nível, onde há um indicativo de ocorrerem alterações na estrutura do material na temperatura a 980°C. Para tal região, compreende-se a curva de nível verde escuro até a curva amarelo escuro, sendo possível a incorporação máxima de 20% de Leta 2 com temperatura mínima de 900°C, porém observa-se que o ideal é 10% na temperatura de 1000°C, $RLq < 2,5\%$.

Figura 49. Superfície Resposta para Absorção de Água em função da PR e TS.



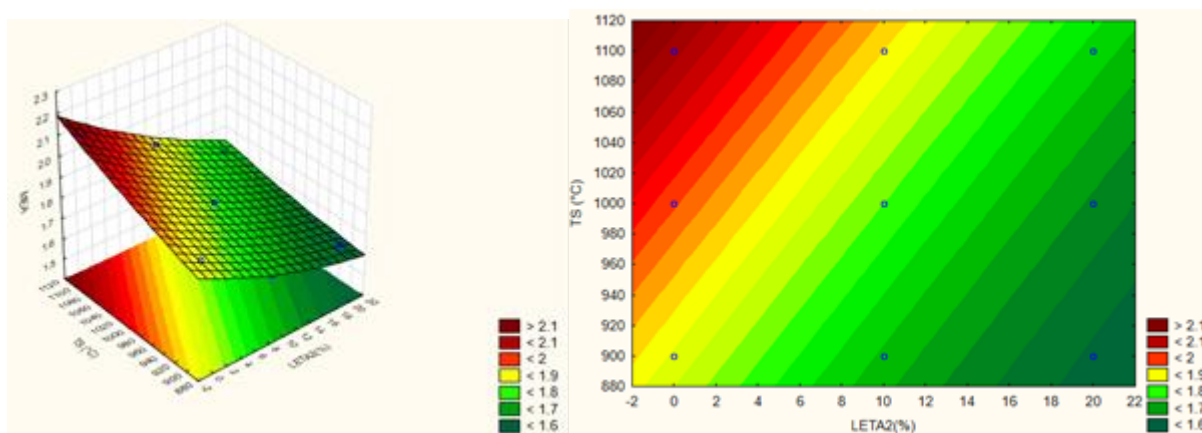
Para AA, figura 49, o comportamento é muito similar ao Leta 1, tendo a temperatura influenciando tal propriedade devido quantidade de espaços vazios no material que possivelmente foram preenchidos pela incorporação do Leta 2, novamente conforme análise da superfície resposta a curva de nível do verde até o amarelo escuro é verificada a possibilidade de incorporação de 20% de Leta 2 com temperatura máxima de 1100°C, sendo o mais viável incorporar 10% de Leta 2 com a temperatura de 1000°C, $AA < 12,5\%$.

Figura 50. Superfície Resposta para Porosidade Aparente.



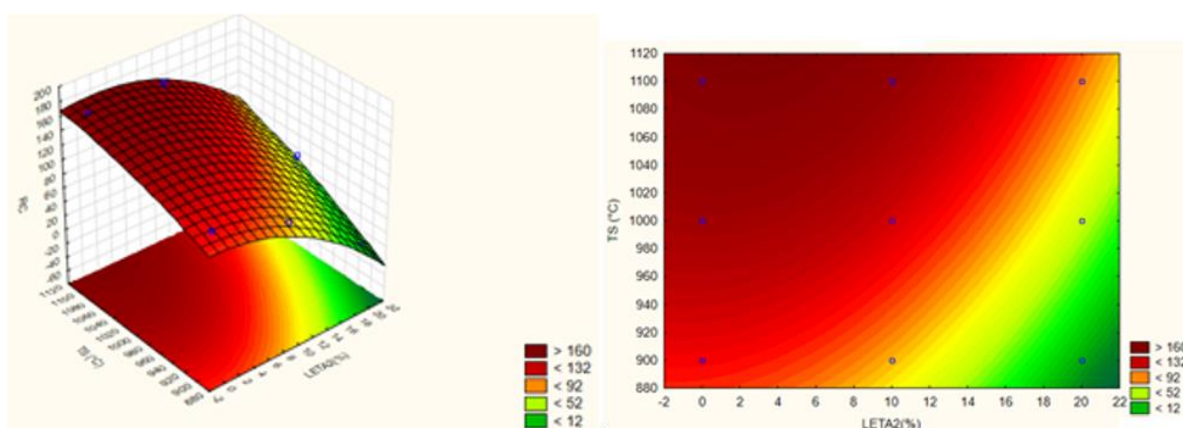
As superfícies resposta para PA confirmam as análises do Leta 1. Através da figura 50 é possível identificar na curva de nível as regiões verdes até o amarelo escuro que a PA apresenta valor $< 24\%$, sendo assim, é possível incorporar de 20% de Leta 2 com temperatura máxima de 1100°C , sendo o ideal é adicionar 10% de Leta 2 com temperatura de 1000°C , $\text{PA} < 22,5\%$.

Figura 51. Superfície Resposta para Massa Especifica Aparente.



Para MEA é observado o comportamento influenciado pela incorporação de Leta 2 no material, conforme figura 51, e de acordo com Santana (2020), isso se deve pelo fato de o gradiente de temperatura influenciar em tal propriedade, como pode ser observado na superfície resposta a curva de nível na região verde é possível incorporar 20% de Leta 2 na temperatura 900°C , sendo viável a incorporação de 10% de Leta 2 com a temperatura de 1000°C , $\text{MEA} < 1,85 \text{ g/cm}^3$.

Figura 52. Superfície Resposta para Resistência à Compressão

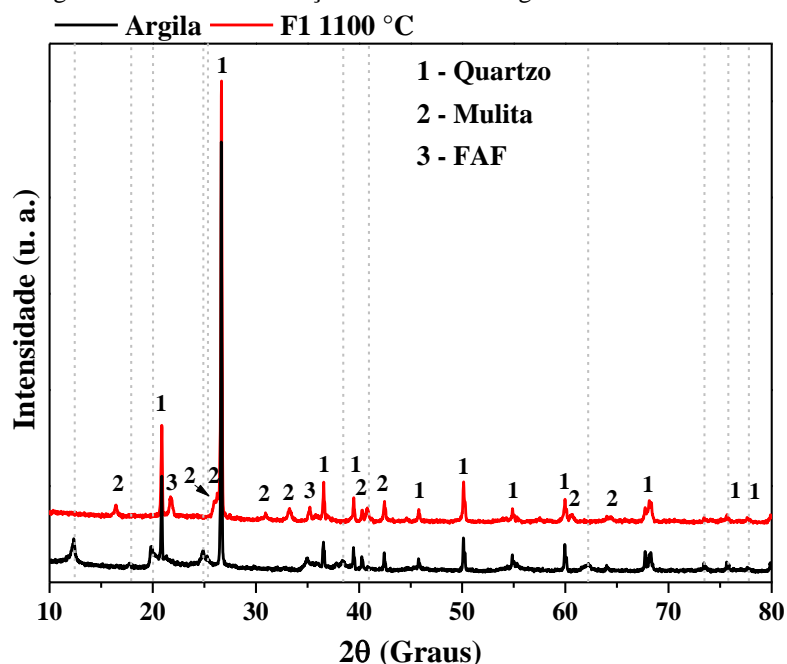


O comportamento das formulações a resistência a compressão de acordo com a curva resposta na figura 52 indica a incorporação de 20% do Leta 2 com a temperatura de 900°C , sendo viável a incorporação de 10% com a temperatura de 1000°C , $\text{RC} = 118 \text{ Mpa}$.

5.15 Difratoograma de Raio X

O tratamento térmico atribuído no processo de sinterização a 1100°C resultou na modificação do perfil do padrão de difração para todas as amostras obtidas neste estudo. Visando melhor apresentação dos resultados obtidos, serão apresentados nos parágrafos seguintes a discussão da transformação estrutural ocorrida para a amostra argila que após o processo de sinterização é denominada F1 1100°C.

Figura 53. Padrão de difração das amostras argila e F1 1100°C.



Assim, na Figura 53 estão apresentados graficamente o padrão de difração das amostras argila e F1 1100°C. As linhas verticais tracejadas em cor cinza indicam os picos de difração presentes na amostra argila e ausentes na amostra F1 1100°C.

É claramente perceptível notar, mediante análise dos padrões de difração apresentados na figura 53, que houve uma modificação quanto a posição e perfil dos picos de difração obtidos para a amostra F1 1100°C. Havendo ainda, similaridade quanto os planos cristalográficos para o quartzo, mantendo-se nos mesmos valores 2θ ao comparado com o padrão de difração da amostra argila. Além disso, o surgimento de diferentes planos cristalográficos no padrão de difração para a amostra F1 1100°C, confirmam a presença das estruturas da Mulita ($\text{Al}_{4.75}\text{Si}_{1.25}\text{O}_{9.63}$) e ferro alumínio fosfato – FAF, $\text{Al}_{0.67}\text{Fe}_{0.33}(\text{PO}_4)$, em comparação a amostra argila.

O estudo da conversão do mineral caulinita a mulita sob influência da temperatura é reportada por Lee et al., (1999). Neste referido estudo, os autores confirmam a transição de

fase da caulinita a metacaulinita em temperatura próximo de 550°C sob atmosfera inerte de ar sintético, seguido da obtenção da mulita em temperatura próximo de 920°C. Em temperaturas superiores a 920°C houve a decomposição em alumínio silicatos e sílica (SiO₂) amorfa. Portanto, os resultados obtidos no presente estudo corroboram aos reportados pelos autores mencionados acima.

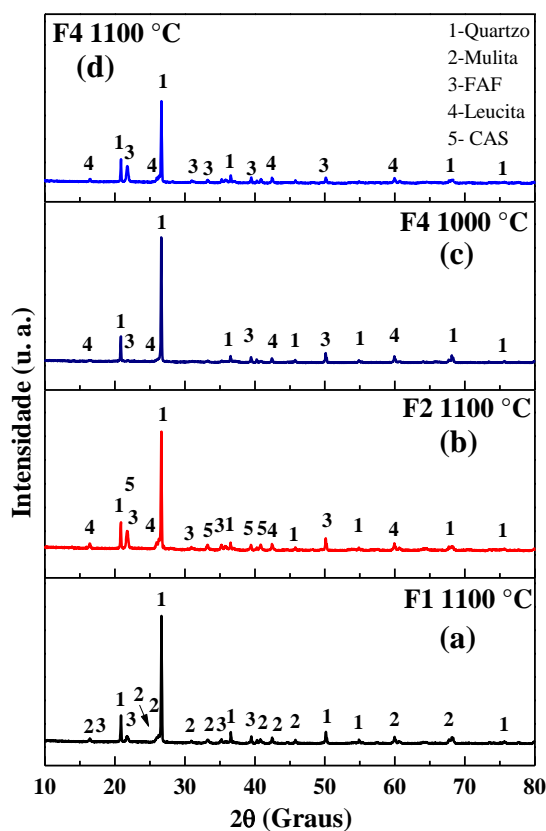
O FAF, indexado aos planos cristalinos de picos mais intensos nas posições $2\theta = 21,6^\circ; 30,9^\circ$ e $35,5^\circ$, possui estrutura ortorrômbica de grupo espacial *C2221* com parâmetros de rede $a = b = c = 7,1310 \text{ \AA}$ (RONCHETTI et al., 1998). A semelhança estrutural ou isomorfismo com a cristobalita (SiO₂) e o fosfato de alumínio (AlPO₄) conduz a interpretações particulares da composição presente (BROVETTO et al., 1996; RONCHETTI et al., 1998). Contudo, baseado na análise elementar por fluorescência de raios X (FRX) apresentados na tabela 17, bem como a presença de goetita na amostra argila, sustenta a hipótese de que houve a reação entre a goetita e derivados da caulinita e fosfatos conduzindo a formação da FAF.

Na figura 54 estão apresentados graficamente os padrões de difração das amostras F1 1100°C, F2 1100°C, F4 1000°C, F4 1100°C.

A amostra Leta 1 foi sinterizada em três temperaturas diferentes como descrito na seção experimental deste trabalho, sendo utilizado, portanto, a amostra F2 1100°C.

O padrão de difração para a amostra F2 1100°C exibe picos no intervalo 2θ entre 10 a 80° que indexados com auxílio da composição elementar por FRX, resultou na identificação das fases: quartzo, FAF, leucita férrica – FeKO₆Si₂ e cálcio alumínio silicato - CaAl₂Si₂O₈, denominada CAS.

Figura 54. Padrão de difração para as amostras (a) F1 1100°C, (b) F2 1100°C, (c) F4 1000°C, (d) F4 1100°C.



Baseado nestas informações, sugere-se que a temperatura empregada nos corpos de prova que compõem estas amostras culminou na reação entre os subprodutos da caulinita, goetita e carbonato de cálcio, resultando na composição entre as fases apresentadas.

A leucita férrica indexada possui informações cristalinas contidas no cartão ICSD n°. 075237, estrutura tetragonal com grupo espacial $I41/2$ e parâmetros de rede $a = b = 13,2207$ Å, e $c = 13,9434$ Å.

Por outro lado, o CAS foi indexado as informações cristalográficas presentes no cartão ICSD n°. 000654, sistema cristalino anórtico, grupo espacial $P-1$ e parâmetros de rede $a = 8,1860$ Å, $b = 12,8760$ Å e $c = 14,1820$ Å. A presença da leucita férrica na composição da amostra F2 1100°C, confirma a decomposição do carbonato de cálcio presente na amostra Leta 1, seguido da obtenção da leucita férrica pela reação com a goetita, potássio e óxido de silício, proveniente da caulinita.

A amostra Leta 2 foi sinterizada em três temperaturas diferentes como descrito na seção experimental deste trabalho, resultando, portanto, nas amostras F4 1000°C e F4 1100°C, como apresentadas os padrões de difração nas figuras 54 (c) e (d).

Semelhante as demais amostras descritas, as amostras F4 1000°C e F4 1100°C possuem o quartzo como fase majoritária para ambas as amostras, bem como a presença de FAF e leucita férrica como mistura na composição. Contudo, nota-se que os planos

cristalográficos para a amostra F4 1000°C possui picos característicos da leucita férrica e FAF de baixa intensidade relativa, o que sugere uma menor proporção entre as fases presentes.

Além disso, a fase CAS, oriunda das reações de estado sólido entre o carbonato de cálcio e subprodutos da decomposição da caulinita e potássio, não está presente para estas amostras (F4 1000°C e F4 1100°C), uma vez que a adição de cal foi realizada somente para a amostra Leta 1.

5.16 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

Por meio do MEV foi possível analisar a superfície de fratura das peças cerâmicas, fazendo a comparação da morfologia das amostras em função da porcentagem de resíduo na matriz cerâmica e as diferentes temperaturas.

Figura 55. Corpo de prova com 100% de argila sinterizado a 900°C.

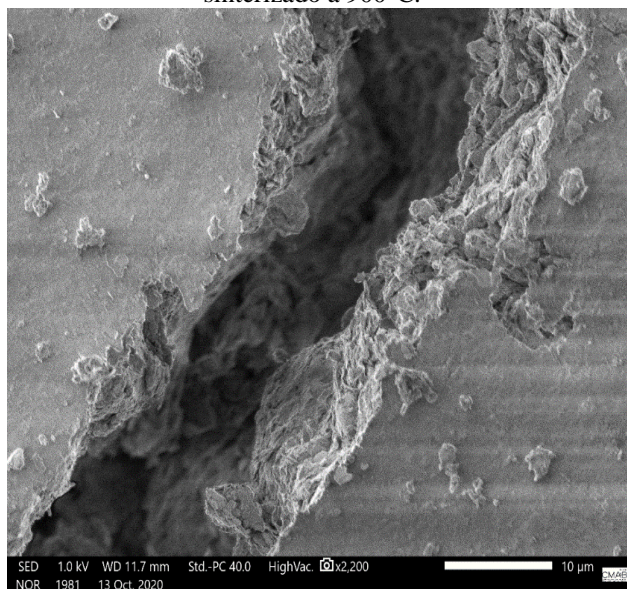
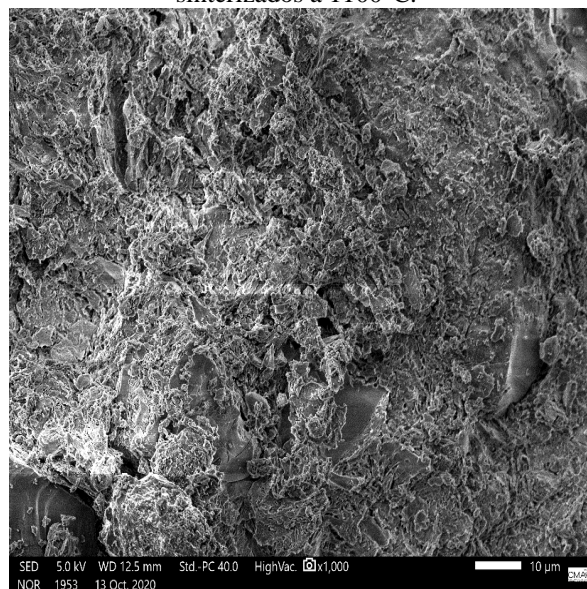


Figura 56. Corpo de prova com 100% de argila sinterizados a 1100°C.



A Figura 55 apresenta a micrografia obtida por MEV da região de fratura da F1 900°C. Os resultados das fraturas estudadas confirmam regiões com porosidade e rugosidade. De acordo com Racanelli *et al* (2020), Vieira *et al.*, (2008), as cerâmicas vermelhas queimadas em temperaturas inferiores a 970°C não apresentam uma consolidação estrutural eficiente. Vieira *et al.*, (2008) afirmam que esta característica microestrutural da cerâmica está relacionada às características da argila caulínica tais como o baixo teor de fundentes, teor de alumina e sílica e a elevada perda de massa durante a queima.

A Figura 56 apresenta as regiões das fraturas analisadas da F1 1100°C. Verifica-se que as regiões das fraturas demonstram-se menos rugosas e isso está intimamente ligado ao

aumento da temperatura, pois os grãos tendem a coalescer, isto é, os grãos se unem fortemente e permitem a diminuição da presença dos poros culminando assim em um perfil de áreas mais lisas, grãos mais unidos e mais compactados (RACANELLI et al., 2020; VIEIRA et al., 2008).

Figura 57. Corpo de prova com 10% de Leta 1 sinterizado a 900°C.

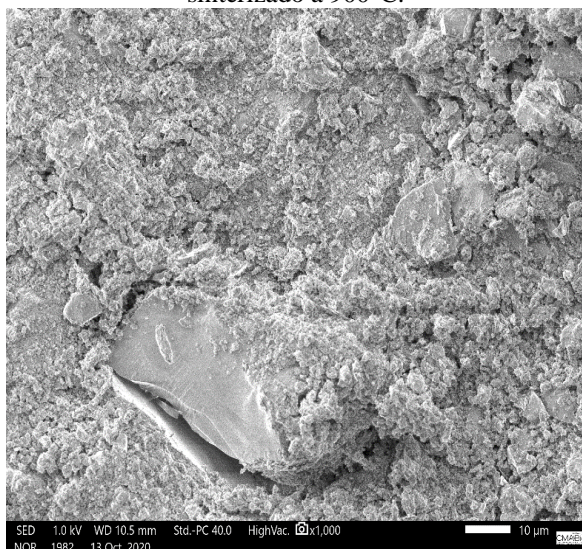
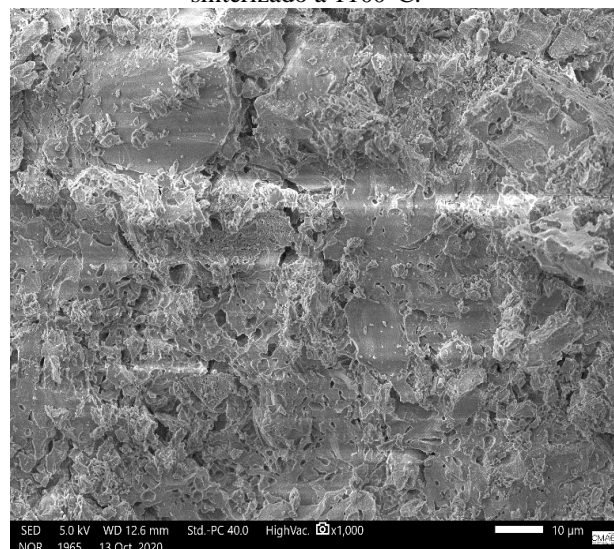


Figura 58. Corpo de prova com 10% de Leta 1 sinterizado a 1100°C.

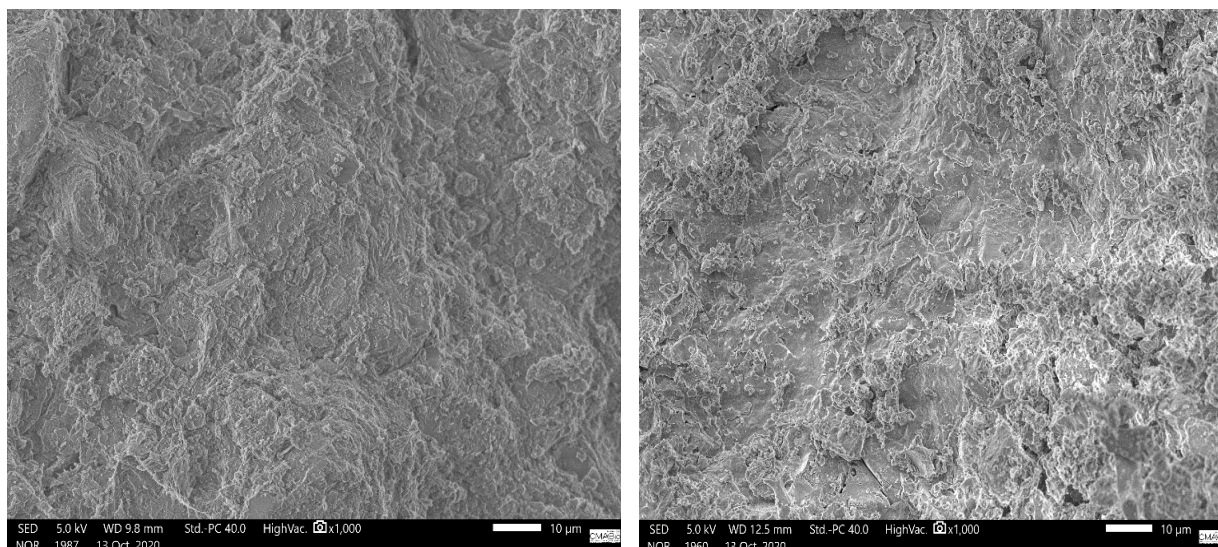


Nota-se na figura 57 é possível observar que a microestrutura da cerâmica com 10% de Leta 1 incorporado apresenta regiões altamente porosas (VIEIRA E. MONTEIRO, 2007), e permite visualizar uma microestrutura formada por grãos interligados, caracterizando formação da fase vítrea com forma indefinida, significando ganhos no processo de sinterização. Nessa mesma figura 57 é evidenciada uma fratura de quartzo, podendo ter ocorrido no processo de compactação. De acordo com Santos (2013), verifica-se pelas que os corpos de prova sinterizados a temperatura de 900°C apresentam morfologia grosseira associada às partículas rugosas. Ainda que predomine a microestrutura porosa nesta temperatura, é também possível observar que já ocorre consolidação das partículas no corpo cerâmico.

Já a figura 58, o aspecto morfológico da cerâmica muda sensivelmente, podendo ser observada uma região de defeito, possivelmente uma trinca. Embora seja possível identificar que houve sinterização, nota-se também muita porosidade, típica de material argiloso de comportamento refratário com predominância caulinítica (MARGEM, 2008).

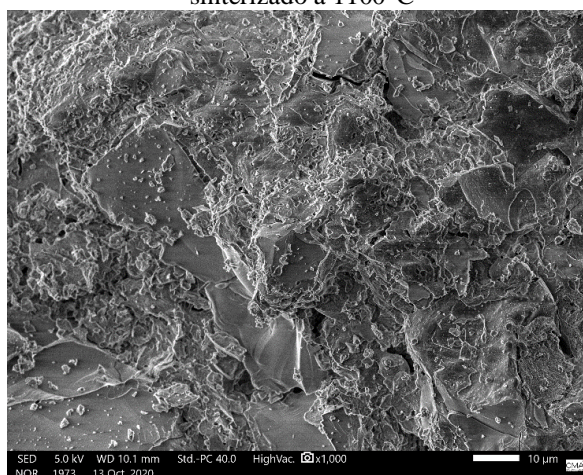
Figura 59. Corpo de prova com 10% de Leta 2 sinterizado a 900°C

Figura 60. Corpo de prova com 10% de Leta 2 sinterizado a 1000°C



Na figura 59 É possível observar na F4 900°C que a microestrutura da cerâmica com 10% de Leta 2 incorporado apresenta-se coesa com alisamento superficial. Na figura 60, percebe-se na F4 1000°C que o aumento da temperatura promove uma maior uniformidade com fase líquida, uma maior densificação, e diminuição de tamanho e quantidade de poros (SANTANA, 2020).

Figura 61. Corpo de prova com 10% de Leta 2 sinterizado a 1100°C



Na figura 61, a morfologia das partículas na F4 1100°C tendem a mudar, embora a porosidade aberta não tenha variado significativamente, conforme indicado pela absorção de água das cerâmicas (MARGEM, 2008). De acordo com Santos (2013), na temperatura de 1100°C, os corpos de provas exibem uma região de fratura mais solidificada com predominância de ligas típicas de vitrificação.

A avaliação da superfície de fratura mostrou que embora os corpos de provas

apresentem defeitos, como poros e trincas, o Leta incorporado em até 10% em peso (F2 e F4) e sinterizado nas temperaturas de 1000°C a 1100°C, atua como um material de preenchimento reduzindo a porosidade, conseqüentemente a absorção de água e massa específica dos corpos de provas, mantendo a resistência à compressão próximos dos valores da F1.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O objetivo geral da pesquisa foi analisar a influência da incorporação dos Lodos gerados nas Estações de Tratamento de Água (Leta) em matriz cerâmica visando a melhor formulação para produção de bloco intertravado cerâmico, paver cerâmico.

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho, verificou-se que a incorporação do Leta em estudo, atende as normas para produção de paver cerâmico e produziu melhorias nas propriedades do produto final, de forma a reduzir a absorção de água, a porosidade aparente, e massa específica aparente e manter a resistência à compressão dos corpos de provas, porém houve um acréscimo na retração linear.

Como conclusão específica destaca-se:

- A argila estudada apresenta composição química rica em SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 , com baixa concentração de CaO , o teor de ferro na argila acima de 3% confirma a coloração avermelhada dos corpos de provas após a queima.
- A composição mineralógica da argila é composta por quartzo, caulinita, muscovita e goetita. A presença de quartzo e caulinita confirma a argila caulinítica.
- A análise térmica da argila apresenta perda de massa de total de 10,71% devido perda de água e matéria orgânica, e pela transformação da caulinita (estrutura cristalina) em metacaulinita (estrutura amorfa).
- A argila possui boa plasticidade, pois índice de plasticidade encontrado foi de 18,69% ficando acima de 15%, corroborando com a análise de distribuição granulométrica que apresentou a concentração de partículas de $5,75 \mu\text{m}$ com volume de concentração de 3,5%, confirmando que a argila possui boa plasticidade, pois possuem valores abaixo de $20 \mu\text{m}$.
- A composição química do Leta 1 e Leta 2 são o SiO_2 , Al_2O_3 , e Fe_2O_3 , exceto para o Leta 1 que apresenta alto índice de CaO devido ao processo de inertização com cal.
- A composição mineralógica do Leta 1 e Leta 2 é composta quartzo, caulinita, muscovita e goetita, e a calcita presente apenas no Leta 1.
- A análise térmica do Leta 1 e Leta 2 são similares aos da argila, com exceção da para o Leta 1 que possui um evento que coincidem com a perda de água estrutural e desagregação da calcita.
- O Leta 1, apresentou granulometria entre $0,41 \mu\text{m}$ a $363,07 \mu\text{m}$, e há maior concentração de partículas de $120,22 \mu\text{m}$ com volume de 4,3 %, enquanto o Leta 2 apresentou granulometria entre $0,41 \mu\text{m}$ a $416,86 \mu\text{m}$, com predominância de

diâmetros com 120,22 μm com volume de 4,3 % ambas mais grosseiras que a argila portanto, Leta 1 e Leta 2 não apresentaram plasticidade.

- As propriedades tecnológicas foram influenciadas com a variação de Leta 1 e Leta 2, verificou-se que com as superfícies de respostas e suas curvas de contorno que a adição do Leta 1 e Leta 2 em concentrações de 10% (F2 e F4) a 20% (F3 e F5) na massa argilosa, produziu um aumento da retração linear de queima em todas as formulações, exceto nas temperaturas de 1100°C, sendo que retração linear de queima foi >3%. Quanto a absorção de água e porosidade aparente, houve uma redução nas F2 e F4 nas temperaturas de 1000°C e 1100°C. Já a massa específica aparente apresentou redução em todas as formulações, e a resistência a compressão as F2 e F4, nas temperaturas de 1000°C e 1100°C obtiveram seus valores atendidos pelas normas: ABNT 9781/2013 (RC \geq 35,0 MPa para tráfego de pedestre e veículos comerciais leves); C902/2015 MX (A.A \leq 14% e RC \geq 20,7 MPa) e NTC 3829 Tipo II (A.A \leq 14% e RC \geq 38 MPa);
- O tratamento térmico atribuído no processo de sinterização, a argila foi denominada F1 1100°C, confirmam a presença das estruturas da mulita e ferro alumínio fosfato – FAF. A presença de goetita na amostra argila, sustenta a hipótese de que houve a reação entre a goetita e derivados da caulinita e fosfatos conduzindo a formação da FAF;
- O Leta 1 confirmou a presença quartzo, FAF, leucita férrica e cálcio alumínio silicato – CAS, enquanto que o Leta 2 se assemelha com o Leta 1, exceto pela ausência do CAS, presente somente no Leta 1;
- Através da microscopia eletrônica de varredura verifica-se que as regiões das fraturas demonstram-se a temperatura de 900°C apresentam morfologia grosseira associada às partículas rugosas sendo possível observar que já ocorre consolidação das partículas no corpo cerâmico;
- É possível observar na F4 900°C que a microestrutura da cerâmica com 10% de Leta 2 incorporado apresenta-se coesa com alisamento superficial, percebe-se na F4 1000°C que o aumento da temperatura promove uma maior uniformidade com fase líquida, uma maior densificação, e diminuição de tamanho e quantidade de poros menos rugosas e isso está intimamente ligado ao aumento da temperatura, pois os grãos se unem fortemente e permitem a diminuição da presença dos poros culminando assim em um perfil de áreas mais lisas, grãos mais unidos e mais compactados; na

temperatura de 1100°C, os corpos de provas exibem uma região de fratura mais solidificada com predominância de ligas típicas de vitrificação;

- A avaliação da superfície de fratura mostrou que embora os corpos de provas apresentem defeitos, como poros e trincas, o Leta incorporado em até 10% em peso (F2 e F4) e sinterizado nas temperaturas de 1000°C a 1100°C, atua como um material de preenchimento reduzindo a porosidade, conseqüentemente a absorção de água e massa específica dos corpos de provas, mantendo a resistência à compressão próximos dos valores da F1;
- A formulação F4 com a incorporação de 10% do Leta 2 sinterizados com temperatura de queima a 1000°C possui os valores de absorção de água e resistência à compressão dentro dos padrões exigidos pela norma, para produção de bloco intertravado, paver cerâmicos, para tráfego leve;
- Finalmente, pode-se concluir, que o Leta 2 estudado, apresenta um grande potencial de aplicação na indústria da cerâmica vermelha, assim como a sua aplicação minimiza os impactos do sistema de abastecimento de água, pode trazer benefícios para qualidade do produto com sua incorporação na matriz cerâmica, para a questão ambiental e para a saúde humana, além de promover economia de matérias primas e energia pois utiliza-se apenas uma queima das matérias primas.

7. REFERÊNCIAS

AASLY, K., MALVIK, T., MYRHAUG, E. H. (2007). **Advanced methods to characterize thermal properties of quartz**. INFACON XI, 1, 381-392.

ACHON, C. L.; BARROSO, M. M.; CORDEIRO, J. S. LEITO DE DRENAGEM: SISTEMA NATURAL PARA REDUÇÃO DE VOLUME DE LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ÁGUA. **Revista Engenharia. Sanitária e Ambiental**. Vol.13 - Nº 1. 2008.

ACHON, C. L.; CORDEIRO, J. S. DESTINAÇÃO E DISPOSIÇÃO FINAL DE LODO GERADO EM ETA - LEI 12.305/2010. XIX Exposição de Experiências Municipais em Saneamento. Poços de Caldas – MG. 2015.

AEPPLI, M., KAEGI, R., KRETZSCHMAR, R., VOEGELIN, A., HOFSTETTER, T. B., & SANDER, M. (2019). **Electrochemical analysis of changes in iron oxide reducibility during abiotic ferrihydrite transformation into goethite and magnetite**. *Environmental science & technology*, 53(7), 3568-3578.

ÁGUAS DE MANAUS. Disponível em: [anahttp://agenciavirtual.manausambiental.com.br/](http://agenciavirtual.manausambiental.com.br/). Acesso em 11.03.2019

ALMEIDA, K. S.; SOARES, R. A. L.; MATOS, J. M. E. Efeito de resíduos de gesso e de granito em produtos da indústria de cerâmica vermelha: revisão bibliográfica. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 1, 2020.

ANDREOLI, C.V. Produção, Composição e Constituição de Lodo de Estação de Tratamento de Água (ETA). In: _____. (Coord.). Alternativas de uso de resíduos do saneamento. ABES, Projeto PROSAB. Rio de Janeiro: 2006.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA CERÂMICA. ANICER. Disponível em: <https://www.anicer.com.br/>. Acessado em: 10/10/2020.

ARITONANG, F. Pengaruh Penambahan Polietilen Glikol (PEG) dalam Sintesis Kalsium Silikat (CaSiO₃) dari Silika Abu Vulkanik Gunung Sinabung. 2018.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. Ciência e engenharia dos materiais. Cengage Learning. São Paulo-SP. 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15270 - 2: Componente cerâmico - blocos e tijolos para alvenaria. Parte 2: Métodos de ensaios. Rio de Janeiro. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 10004: Resíduos Sólidos- Classificação. Rio de Janeiro: 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15270-1: Componentes cerâmicos - blocos e tijolos para alvenaria. Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15310: Componentes cerâmicos – Telhas – Terminologia, requisitos, e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 2009.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA. ABNT NBR 6484. Identificação e descrição de amostras de solos obtidas em sondagens de simples reconhecimento dos solos. Rio de Janeiro. 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA. ABNT NBR 6459. Solo-Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA. ABNT NBR 7180. Solo-Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA. ABNT NBR 5739. Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro. 2018.

BATALHA, C. T., PEREIRA F.B., DE SOUZA E.N., TAVEIRA A.F., CÂMPELO N.S. **Caracterização tecnológica de argila de horizonte superior (vermelha) do município de Iranduba-AM, para emprego em cerâmica industrial.** Conference Paper. June 2009.

BITTENCOURT, S., SERRAT, B. M., AISSE, M. M., MARIN, L. M. K. D. S., SIMÃO, C. C. **Application of sludges from water treatment plant and from sewage treatment plant in degraded soil.** Engenharia Sanitária e Ambiental, 17(3), p 315-324. 2012.

BRAGA, B.; HESPANHOL, I.; CONEJO, J.G.L.; BARROS, M.T.L.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S. Introdução à engenharia ambiental. 2. ed. São Paulo: Prentice Hall. 2005.

BRASIL. Fundação Nacional de Saúde - FUNASA. 2007.

BRASIL. **LEI Nº 12.305, DE 2 AGOSTO DE 2010.** Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências.

BRASIL. **LEI Nº 9.433, DE 8 DE JANEIRO DE 1997.** Institui a Política Nacional de Recursos Hídricos.

BRASIL. **LEI Nº 9.605, DE 12 DE FEVEREIRO DE 1998.** Dispõe sobre as sanções penais e administrativas derivadas de condutas e atividades lesivas ao meio ambiente.

BRASIL. PORTARIA Nº 2.914, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2011. **Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.** Ministério da Saúde.

BRASIL. RESOLUÇÃO CONAMA Nº 237, de 19 de dezembro de 1997.

BRASIL. RESOLUÇÃO CONAMA No 357, DE 17 DE MARÇO DE 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.

BROVETTO, P., MAXIA, V., SALIS, M., LUCCO-BORLERA, M., MAZZA, D., 1996. A Mössbauer study of the silica-like structures of FePO₄ and (Al_{0.67}Fe_{0.33})PO₄. *Nuovo Cim. D* 18, 991–994. <https://doi.org/10.1007/BF02459080>

BUSELATTO, D; M; WENZEL, M. C.; ROCHA, G. H.; WEBBER, J.; SILVA, S. R.; ANDRADE, J. J. O. Use of water treatment sludge (WTS) as fine aggregate in concretes: evaluation of physical-mechanical properties. *Matéria*. vol. 24 n°. 1. Rio de Janeiro. 2019 . Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620190001.0645>. Acessado em: 24/10/2020.

BYRAPPA, K.; KEERTHIRAJ, N.; BYRAPPA, SHAYAN M. **Hydrothermal Growth of Crystals—Design and Processing**. In: *Handbook of Crystal Growth*. Elsevier, 2015. p. 535-575.

CAMPOS, N.; FILHO, R. S., COSTA, S. N. Z., 2019. High Photocatalytic Activity under Visible Light for a New Morphology of Bi₂WO₆ Microcrystals. *Catalysts* 9, 667. <https://doi.org/10.3390/catal9080667>

CAPUTO, H. P. **Mecânica dos solos e suas aplicações**. In: **Mecânica dos solos e suas aplicações**. LTC, 1981.

CLAESSEN, M. E. C. **Manual de métodos de análise de solo**. Embrapa Solos-Documentos. 1997.

COCCO, M. Resistividade elétrica de concretos compostos com cinza de lodo de ETA e calcário moído. Santa Maria, 2017. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2017.

COELHO, A. C. V., DE SANTOS, P., & DE SANTOS, H. **Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades**. *Química Nova*, 30(1), p 146. 2007.

CORDEIRO, J. S. Processamento de Lodos de Estações de Tratamento de Água (ETAs). In: ANDREOLI, C.V. (Coord.). *Resíduos sólidos do saneamento: processamento, reciclagem e disposição final*. Rio de Janeiro: Rima, ABES, Projeto PROSAB, 2001

COSTA, M. L. DA, KERN, D.C., PINTO, A.H.E., SOUZA, J.R. DA T., 2004. The ceramic artifacts in archaeological black earth (terra preta) from Lower Amazon Region, Brazil: chemistry and geochemical evolution. *Acta Amaz.* 34, 375–386. <https://doi.org/10.1590/s0044-59672004000300004>

CRISCENTI, L. J., & BRACCO, J. (2011). **Molecular modeling in support of CO₂ sequestration and enhanced oil recovery**. Sandia National Labs: Albuquerque.

DA LUZ, B. A., DAMASCENO, E. C. **Caulim um material mineral importante**. CETEM, 1993.

DELGADO, J. V. C. AVALIAÇÃO DA APLICAÇÃO DO LODO DA ETA GUANDU NA PAVIMENTAÇÃO COMO DISPOSIÇÃO FINAL AMBIENTALMENTE ADEQUADA. Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2016.

DIAS, L. L.; MENEGAZZO, A. P. M.; QUINTEIRO, E.; SERAFIM, M. A. Desenvolvimento de um novo produto cerâmico para pavimentação de passeios e áreas públicas. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 16, n. 4, p. 155-165, out./dez. 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212016000400111>.

DOLINO, G.; BACHHEIMER, J. P.; ZEYEN, C. M. E. **Observation of an intermediate phase near the α - β transition of quartz by heat capacity and neutron scattering measurements.** **Solid State Communications**. v. 45, n. 3, p. 295-299, 1983.

DONDI, M. Caracterização Tecnológica dos materiais argilosos: métodos experimentais e interpretação de dados. **Cerâmica industrial**, v.11, n.3, maio/jun. 2006.

ELEUTÉRIO, J. O. S., PEREIRA, F. B., BARBIERO, N., CAMPELO, N. S. **Determinação da formulação de massas argilosas para emprego em cerâmica vermelha, oriundas do pólo oleiro de Iranduba.** 54º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 30 de maio a 02 de junho de 2010, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

FERNANDES, I. D. **Blocos e Pavers: produção e controle de qualidade.** 4. ed. São Paulo: Treino e Assessoria e Treinamentos Empresariais, 2013.

FIORITI, Cesar F. Pavimentos intertravados de concreto utilizando resíduos de pneus como material alternativo. 2007.

GONÇALVES, F.S.; CHIARAMONTE; R. C.; GARBIN; M.; BREHM, F. A. **Caracterização de lodos oriundos de estações de tratamento de água visando alternativas de reciclagem.** 9 Fórum Internacional de Resíduos Sólidos. Porto Alegre - RS. 2018.

GOOGLE MAPS. Imagens CNESAirbus, Maxar Technologies, dados do mapa. 2019.

HILLIER, S., MIDDLETON G V, MJ CHURCH, M CONIGLIO, LA HARDIE, and FJ LONGSTAFFE eds. **Clay Mineralogy Encyclopaedia of sediments and sedimentary rocks:** Kluwer Academic Publishers, Dordrecht., p. 139-142, 2003 .

IZIDORO, J.D.C., FUNGARO, D.A., DOS SANTOS, F.S., WANG, S., 2012. Characteristics of Brazilian coal fly ashes and their synthesized zeolites. *Fuel Process. Technol.* 97, 38–44. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.01.009>

LEE, S., KIM, Y.J., MOON, H.S., 1999. Phase transformation sequence from kaolinite to mullite investigated by an energy-filtering transmission electron microscope. *J. Am. Ceram. Soc.* 82, 2841–2848. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb02165.x>

LIANG, J.J., HAWTHORNE, F.C., 1996. RIETVELD REFINEMENT OF MICACEOUS MATERIALS: MUSCOVITE-2M1, a comparison with single-crystal structure refinement. *Can. Mineral.* 34, 115–122.

MA, Y., YAN, C., ALSHAMERI, A., QIU, X., ZHOU, C., LI, D., 2014. Synthesis and characterization of 13X zeolite from low-grade natural kaolin. *Adv. Powder Technol.* 25, 495–499. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2013.08.002>.

MARGEM, J.I. Caracterização e incorporação de lodo de decantação de estação de tratamento de água (E.T.A.) em cerâmica vermelha. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2008.

MARTINS, S. C. Rotas de concentração por flotação para a wollastonita presente nos depósitos do estado de Goiás. Dissertação de mestrado (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas). Belo Horizonte - MG. 2015.

MIHELIC, J. R.; ZIMMERMAN, J. B. Engenharia Ambiental: fundamentos, sustentabilidade e projeto. 2ª. Ed. Rio de Janeiro. LTC. 2018.

MURRAY, H. H. **Applied clay mineralogy today and tomorrow**. *Clay minerals*, v. 34, n. 1, p. 39-49, 1999.

NASA Jet Propulsion Laboratory. **Clay Mineral Structure Similar to Clays Observed in Mudstone on Mars**. Disponível <http://www2.jpl.nasa.gov/srtm/mission.htm>. Acesso em 28/04/2019.

NOBRE, F X, MUNIZ, R., MARTINS, F., SILVA, B.O., MATOS, J.M.E. DE, SILVA, E.R. DA, COUCEIRO, P.R.C., BRITO, W.R., LEYET, Y., 2019. Calcium molybdate: Toxicity and genotoxicity assay in *Drosophila melanogaster* by SMART test. *J. Mol. Struct.* 1200, 127096. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2019.127096>

NOBRE, F. XAVIER, BASTOS, I.S., DOS SANTOS FONTENELLE, R.O., JÚNIOR, E.A.A., TAKENO, M.L., MANZATO, L., DE MATOS, J.M.E., NOGUEIRA, P.P.O., DE FÁTIMA SOUZA MENDES, J., BRITO, W.R., DA COSTA COUCEIRO, P.R., 2019. Antimicrobial properties of α -Ag₂WO₄ rod-like microcrystals synthesized by sonochemistry and sonochemistry followed by hydrothermal conventional method. *Ultrason. Sonochem.* <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2019.104620>

OLIVEIRA, I. Y. Q. de; RONDON, O. C. **Diagnóstico da gestão de lodo de estação de tratamento de água em Mato Grosso do Sul**. *Interações (Campo Grande)*, v. 17, n. 4, p. 687-698, 2016.

OLIVEIRA, Y. L. **Estudo da reutilização de resíduos de telha (chamote) em formulação de massa para blocos cerâmicos**. Dissertação – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí: Teresina. 102 p. 2015.

PAIVA, G. S., MOREIRA, V. T. G., SOARES, A. F. S. Lodo de estação de tratamento de água (leta): resíduo ou insumo? VII Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental Campina Grande/PB. 2016.

PAIVA, P.R.P. DE, FERREIRA, Â.M., SILVA, G.C., CIMINELLI, V.S.T., WEIDLER, P.G., 2019. Evaluation of the Rietveld method for the mineralogical characterization of airborne dust in a mining area. *REM - Int. Eng. J.* 72, 329–334. <https://doi.org/10.1590/0370->

44672018720004

PATNAIK, P. **Handbook of environmental analysis: chemical pollutants in air, water, soil, and solid wastes**. Crc Press, 2017.

PEDROSA, H. T. S. Otimização em estação elevatória em sistemas de abastecimento de água buscando a eficiência energética. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/17991/1/Disseta%C3%A7%C3%A3o-Hudson-OTIMI%20EM%20ESTA%C3%87%C3%83O%20ELEVAT%C3%93RIA%20DE%20SISTEM.pdf>. Acessado em: 24/10/2020.

PESSOA JUNIOR, W.A.G., TAKENO, M.L., NOBRE, F.X., BARROS, S. DE S., SÁ, I.S.C., SILVA, E.P., MANZATO, L., IGLAUER, S., DE FREITAS, F.A., 2020. Application of water treatment sludge as a low-cost and eco-friendly catalyst in the biodiesel production via fatty acids esterification: Process optimization. Energy 213. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2020.118824>

PETTERLE, A. R., SANTIAGO, G. G., CHONG, W., SOMENSI, L., & TAMBORIM, S. M. **Ceramic plates containing sludge from a water treatment plant and the rice husk ash: Relation between physical-chemistry properties and microstructure**. Química Nova, 41(10), 1117-1126. 2018.

POZZOBON, J. C., LUCAS, J. F. R., & MORA, N. D. **Da pesquisa à extensão: aproveitamento de lodo de eta em cerâmica artística na região trinacional**. SETEC, 4-5, Unioeste. 2017.

PRADO FILHO H. R. Tratamento e disposição do lodo de ETA e impactos na qualidade das águas. 2014. Disponível em: <https://qualidadeonline.wordpress.com/2015/07/14>. Acessado em: 06/09/2019.

PRIM, E. C. C. Utilização de lodo de estações de tratamento de água e esgoto como material de cobertura de aterro sanitário. Tese (Doutorado). Engenharia Ambiental. Florianópolis-SC. 2011.

RACANELLI, L. A.; CÂNDIDO, V. S.; SOUZA J. A. S.; CARDOSO D. N. Characterization and Physical, Chemical and Mechanical Properties of the Kaolinitic Clays of the Northeast Region of Pará State. Revista Matéria. v. 25. n. 01. 2020.

REALI, M.A.P. Noções gerais de tratamento e disposição final de lodos de estações de tratamento de água. 1 ed. Rio de Janeiro. ABEAS, 1999 (Projeto PROSAB).

REBELO, E. P. **Reciclagem de resíduo cerâmico (“chamote”), no reaproveitamento em massas cerâmicas**. Manaus: Congresso de Iniciação Científica da UFAM, 2006.

REDFERN, S.A.T., ARTIOLI, G., RINALDI, R., HENDERSON, C.M.B., KNIGHT, K.S., WOOD, B.J., 2000. Octahedral cation ordering in olivine high temperature. II: An situ neutron powder diffraction study on synthetic MgFeSiO₄ (Fa50). Phys. Chem. Miner. 27, 630–637. <https://doi.org/10.1007/s002690000109>

REIS, A. S. D., DELLA-SAGRILLO, V. P., & VALENZUELA DÍAZ, F. R. **Analysis of the spheres and bars molded with blast furnace sludge incorporation in clayey mass.** Research & Reviews: Journal of Material Sciences, 4(3), 25-33. 2016.

RIKER, S. R. L. et al. Geologia e recursos minerais da Região Metropolitana de Manaus, estado do Amazonas, escala de integração 1:500.000. Programa Geologia do Brasil. CPRM. Manaus.238p. 2016.

RONCHETTI, S., MAZZA, D., LUCCO-BORLERA, M., SALIS, M., 1998. Structure Determination of $Al_{0.67}Fe_{0.33}PO_4$: An Example of Convergence of X-Ray Diffraction and Mössbauer Spectroscopy Results. Mater. Sci. Forum 278–281, 698–703. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.278-281.698>

RUVIARO, A. S.; SILVESTRO, L.; SCOLARO, P. T.; PELISSER, F.; GLEIZE, P. J. P. Use of calcined water treatment sludge as supplementary cementitious material. Ambiente Construído. vol. 20 n° 4. Porto Alegre Oct./Dec. 2020. Disponível em: [Disponível em: https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000400470](https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000400470). Acessado em: 24/10/2020.

SANGWAN, K. S.; CHOUDHARY, K.; BATRA, C. Environmental impact assessment of a ceramic tile supply chain—a case study. **International Journal of Sustainable Engineering**, v. 11, n. 3, p. 211-216, 2018.

SANTANA, S. S. ESTUDO DA APLICAÇÃO DE RESÍDUO DE GALVANOPLASTIA ORIUNDO DO POLO INDUSTRIAL DE MANAUS COMO MATÉRIA-PRIMA EM CERÂMICA VERMELHA. Dissertação de Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais – Universidade Federal do Amazonas. Manaus. 2020.

SANTANA, S. S. INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE LODO DE GALVANOPLASTIA ORIUNDO DO POLO INDUSTRIAL DE MANAUS NAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DA CERÂMICA VERMELHA. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais. Universidade Federal do Amazonas. 2020.

SANTIS, B. C. et al. Caracterização de massas cerâmicas do estado de S. Paulo para a produção de agregados leves para concreto. Cerâmica, v. 59, p. 198-205, 2013.

SANTOS, G. Z. B. ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA À BASE DE LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ÁGUA CALCINADO. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Federal do Amazonas. 2016.

SANTOS, G. Z. B.; MELO FILHO, J. A.; MANZATO, L. Proposal of a ceramic obtained by geopolymerization of calcined sludge from WTP. Cerâmica. vol. 64 n° 370. São Paulo Apr./June 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/0366-69132018643702353>. Acessado em: 24/10/2020.

SANTOS, O. C. Formulação de bloco intertravado cerâmico com adição de resíduos urbanos e industriais. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas da Terra. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. Natal, 2013.

SANTOS, O. C., BREITENBACH, S. B., COELHO, R. E., ANDRADE, J. C. S., SALES JR, J. C. C., PASKOCIMAS, C. A., & NASCIMENTO, R. M. **Caracterização de sedimento proveniente de dragagem de canais pluviais do município de Salvador-BA visando sua utilização em cerâmica estrutural.** *Cerâmica*, 63(365), 99-108, 2017.

SANTOS, P. D. S **Ciências e Tecnologia de Argilas.** Vol. 1. 2.ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1989.

SANTOS, T. A.; PINHEIRO, R. J. B.; SPECH, L. P.; BRITO, L. A. T. Análise do desempenho de subleitos rodoviários à luz de conceitos da Mecânica dos Pavimentos. *Matéria*. vol. 25. no.3. Rio de Janeiro. 2020. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1517-70762020000300336&lang=pt. Acessado em: 29/10/20.

SAVAZZINI-REIS, A., SAGRILLO, D., POSSAMAI, V., OLIVEIRA, J. D. N. D., TEIXEIRA, P. G., & VALENZUELA-DIAZ, F. R. **Characterization and Evaluation of Ceramic Properties with Spherical and Prismatic Samples of Clay Used in Red Ceramics.** *Materials Research*, 20, 543-548. 2017.

SENÇO, W. **Manual de Técnicas de Pavimentação.** Vol. 1. 2ª ed. São Paulo: Pini, 2007.

SHARMA, B.; SRIDHARAN, A. **Liquid and plastic limits of clays by cone method.** *International Journal of Geo-Engineering*, v. 9, n. 1, p. 22, 2018.

SOILS, Embrapa. **Sistema brasileiro de classificação de solos.** Brasília: Embrapa, 2013.

SOUZA, J. L. F. Compósito cimentício com argila caulinítica para extrusão de blocos prismáticos de vedação e estrutural. **Dissertação de Mestrado.** Universidade Federal do Amazonas - UFAM. Manaus. 2017. Disponível em: https://tede.ufam.edu.br/bitstream/tede/6626/5/Disserta%C3%A7%C3%A3o_Jos%20So%20uza_PPGEC.pdf. Acessado em: 05/11/20.

TARTARI, R., DIAZ-MORA, N., MONDÉNES, A N. Sludge generated in the water treatment plant Tamanduá, Foz do Iguaçu, PR, as an additive in clay for red ceramic. Part II: incorporation of sludge mixed with clay to produce red ceramic. *Cerâmica*, v. 57, n. 343, pp. 288-293, Set. 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132011000400003>. Acessado em: 24/10/2020.

TEIXEIRA, S. R.; SOUZA, S. A.; SOUZA, N. R.; ALÉSSIO; P.; SANTOS, G. T. A. Effect of the addition of sludge from water treatment plants on the properties of structural ceramic material. *Cerâmica*, v. 52, n. 323, pp. 215-220, Set. 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132006000300016>. Acessado em: 24/10/2020.

TEIXEIRA, S.R., SANTOS, G.T.A., SOUZA, A.E., ALESSIO, P., SOUZA, S.A., SOUZA, N.R., 2011. The effect of incorporation of a Brazilian water treatment plant sludge on the properties of ceramic materials. *Appl. Clay Sci.* 53, 561–565. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.05.004>

UGWU, I. M., & SHERMAN, D. M. (2017). **Irreversibility of sorption of cobalt to goethite (α -FeOOH) and disparities in dissolution of aged synthetic Co-goethite.**

Chemical Geology, 467, 168-176.

VIEIRA, C. M. F., MONTEIRO, S. N. “Effect of grog addition on the properties and microstructure of a red ceramic body for brick production”, *Construction and Building Materials*, v. 21, pp. 1754–1759, 2007.

VIEIRA, C. M. F., SOARES, J. B., MONTEIRO, S. N. “Desenvolvimento de massas de revestimento cerâmico com argila caulínica e nefelina sienito”, *Revista Cerâmica*, n. 54, pp. 184-192, 2008.

VITORINO, J. P. D.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F.; Caracterização e incorporação de resíduos provenientes de Estação de Tratamento de Água em cerâmica argilosa. *Cerâmica*. vol. 55 no. 336. São Paulo. 2009. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132009000400008&lang=pt. Acessado em: 15/01/2021.

WIEBBELLING, P. O. G. PAVIMENTO COM BLOCOS INTERTRAVADOS DE CONCRETO: ESTUDO DE CASO NA UNIVATES. Monografia. Engenharia Civil. Lajeado-RS. 2015. Disponível em: <https://www.univates.br/bdu/bitstream/10737/953/1/2015PaulaOrvanaGuimaroesWiebbelling.pdf>. Acessado em: 20/11/20.

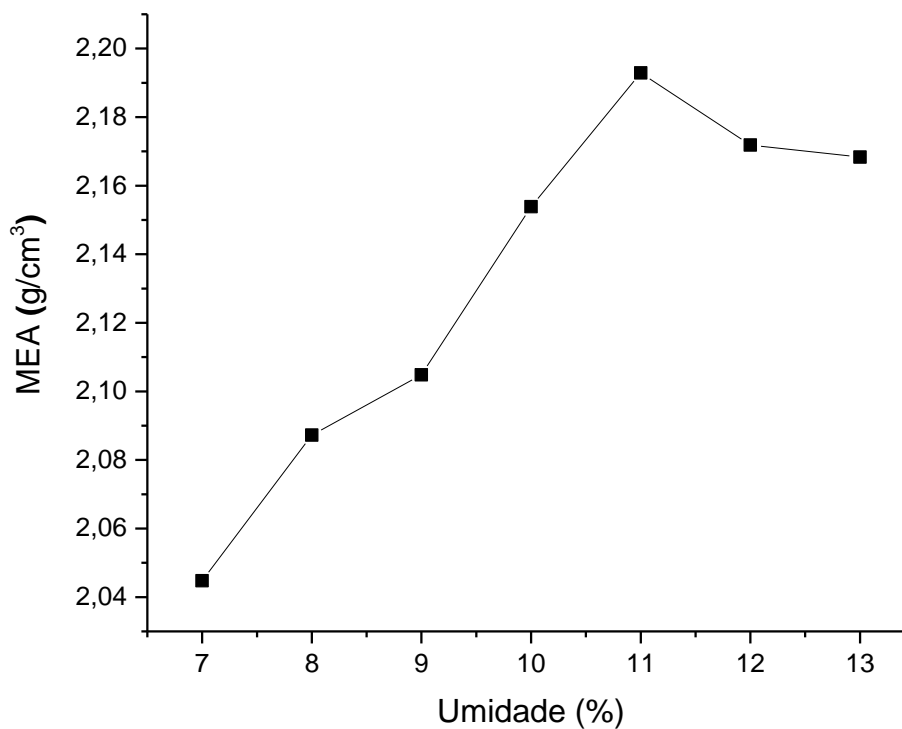
8. APÊNDICE

Para determinar a quantidade de água a ser adicionada nas matérias primas, assim como a compactação e a porcentagem de Leta para a confecção dos corpos de provas, foram realizados estudos preliminares, os quais serão descritos neste apêndice.

8.1 Determinação da Umidade

Para a determinação da umidade, realizou-se a leitura em 7 corpos de provas através da densidade ou MEA (g/cm^3) medida para cada teor de umidade (7 a 13%). O processo de compactação dos corpos de prova foi através de uma matriz uniaxial de aço com cavidade retangular de 60x20x5mm e levada a uma prensa hidráulica com capacidade de 30 toneladas, utilizando-se uma pressão de compactação de 25 MPa dentro da faixa estipulada para realização dos ensaios cerâmicos (SANTOS, 1989). Na figura 62 é possível verificar que a umidade para a argila, matriz em questão, foi de 11%.

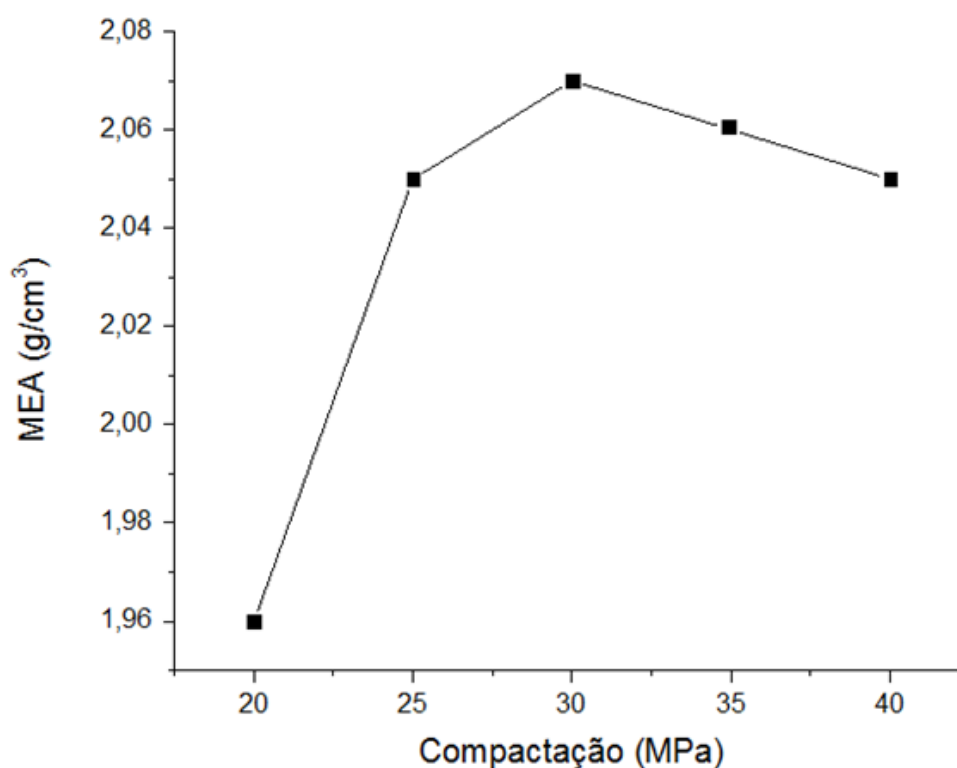
Figura 62. Teor de umidade ótima da argila.



8.2 Determinação da Compactação

Após a determinação da umidade para a conformação dos corpos de provas, foi verificada a pressão de compactação da massa argilosa umidificada com 11% de água, foram confeccionados 5 corpos de provas com pressão de compactação de 20, 25, 30, 35, 40 MPa, respectivamente. Verificou-se que a pressão de compactação foi de 30 MPa, conforme mostrado na figura 63.

Figura 63. Pressão de compactação.



8.3 Determinação da Porcentagem de Leta

Para determinar os teores de Leta 1 e Leta 2 a serem adicionados na matriz argilosa foram confeccionados 28 corpos de provas para a realização de estudos preliminares, sendo 1 CP para cada formulação e temperatura de queima de acordo com a tabela 21.

As matérias primas foram secas em estufa a 110°C, e em seguida foram pesadas 13 g de matéria prima seca de acordo com as formulações da tabela 8, em balança eletrônica Marte – Modelo AC10K, logo após a pesagem, as matérias primas foram misturadas e umidificadas com 11% de água, sendo novamente misturada e homogeneizadas, peneiradas e armazenadas em sacos plásticos por 24 h.

Tabela 21. Formulação da composição da massa (argila + Leta) dos CPs para os testes preliminares.

CORPOS DE PROVAS	COMPOSIÇÃO DA MASSA (%)		TEMPERATURA DE QUEIMA (°C)
	ARGILA	LETA 1	
CP1	100	0	850
CP2	95	5	
CP3	92,5	7,5	
CP4	90	10	
CP5	85	15	1050
CP6	80	20	
CP7	70	30	

CORPOS DE PROVAS	COMPOSIÇÃO DA MASSA (%)		TEMPERATURA DE QUEIMA (°C)
	ARGILA	LETA 2	
CP8	100	0	850
CP9	95	5	
CP10	92,5	7,5	
CP11	90	10	1050
CP12	85	15	
CP13	80	20	
CP14	70	30	

Após a etapa da preparação das amostras, corpos de provas foram preparados com um auxílio de um molde com dimensões de 60 mm x 20 mm x 5 mm. Os corpos de provas foram obtidos por compactação uniaxial em uma prensa hidráulica da marca Bovenau modelo P30000 com capacidade de 30 toneladas, utilizando uma pressão de compactação de 30 MPa.

Após a prensagem dos corpos de provas, os mesmos foram secos em estufa por um período de 24 horas a uma temperatura de 110°C, posteriormente deu-se o início à sinterização (queima) das amostras nas temperaturas de 850°C e 1050°C, empregando uma taxa de aquecimento de 5°C/min, até 450°C e isotermas de 30 min, até atingir as temperaturas máximas, com taxa de resfriamento de 5°C/min, conforme a figura 64.

Os corpos de provas depois de cada etapa, prensagem, secagem e sinterização, foram pesados em balança digital com precisão de 0,01g e medidas suas dimensões com auxílio de um paquímetro digital, marca Messen (150mm/6”). Após a sinterização dos Corpos de provas (Figura 65) foram analisados, de acordo com metodologia de Santos, (1989), as seguintes propriedades: Retração Linear de Queima (RLq); Absorção de Água (AA); Porosidade Aparente (PA), Massa Específica Aparente (MEA) e Ruptura à Flexão de 3 Pontos (RF).

Figura 64. Curva de queima dos corpos de provas.

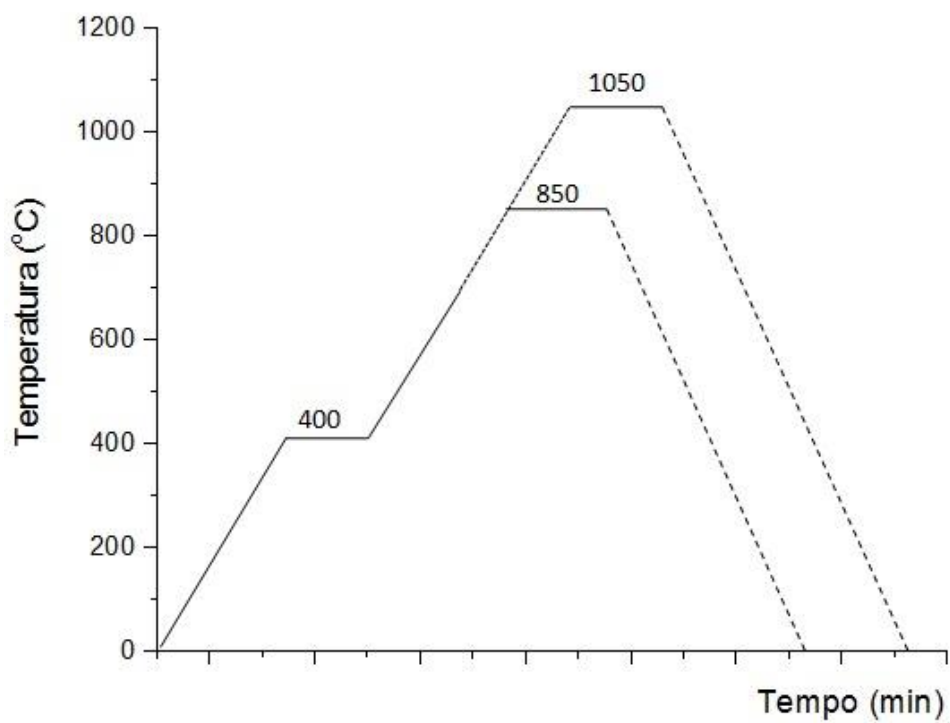
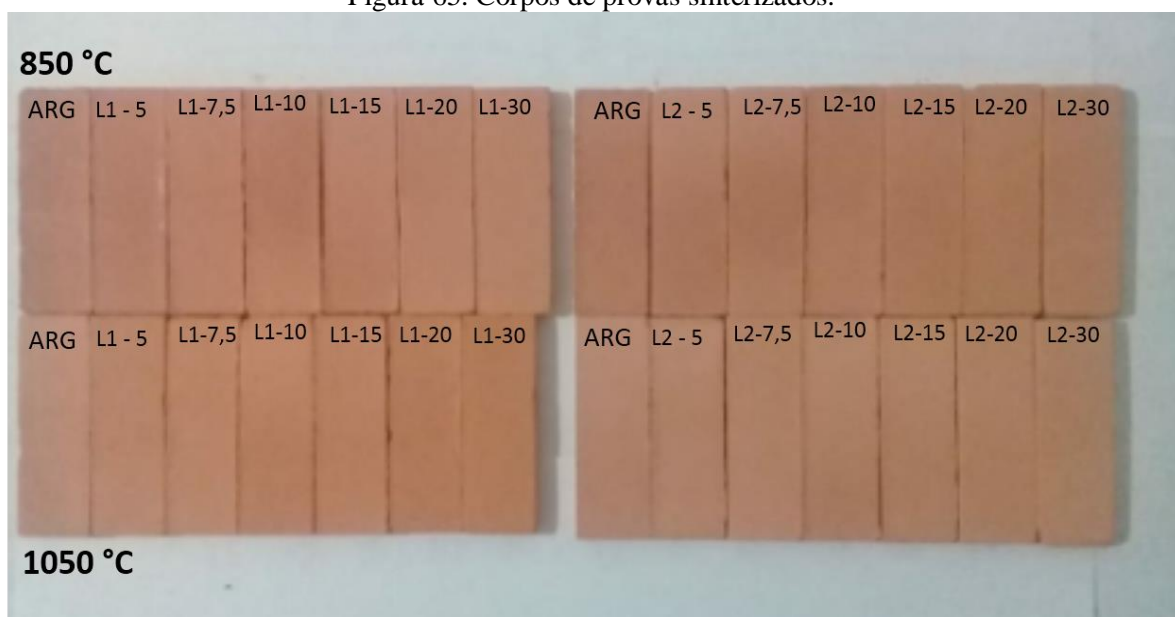


Figura 65. Corpos de provas sinterizados.



8.4 Tensão de Ruptura à Flexão (TRF)

A tensão de ruptura à flexão (TRF) é definida como a força por unidade de área necessária para o rompimento da peça cerâmica. Os corpos de provas foram submetidos ao teste de flexão em três pontos. O equipamento utilizado para o rompimento, foi um flexímetro da marca Nannetti modelo CC/96-2006 (Figura 66), pertencendo ao Laboratório de Laminação da UFAM. O valor da TRF foi determinado por meio da equação:

$$\text{TRF(MPa)} = \frac{3PL}{2bh}$$

TRF = tensão de ruptura à flexão (MPa);

P = carga alcançada no momento de ruptura (N);

L = distância entre os apoios (mm);

b = largura do corpo de prova (mm);

h = altura do corpo de prova (mm).

Figura 66. Flexímetro utilizado para análise da Tensão de Ruptura à Flexão.



8.5 Normas estabelecidas para aplicação na Cerâmica Vermelha

A tabela 22 apresenta as exigências estabelecidas para a aplicação na cerâmica vermelha, de acordo com as normas NBR 15270-1 (ABNT, 2017) e NBR 15310 (ABNT, 2009). Portanto, para realizar os estudos preliminares foi possível analisar as propriedades de Absorção de Água e Tensão de Ruptura à Flexão.

Tabela 22. Exigências estabelecidas para a aplicação na cerâmica vermelha.

PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS		
APLICAÇÕES	AA (%)	TRF (MPa)
Blocos ou tijolos de vedação com furos horizontais.	8% < AA < 25%	≥ 1,50
Tijolos maciço para vedação	8% < AA < 25%	≥ 4,00
Telhas	AA < 20%	≥ 6,50

Fonte: Santana (2020). Adaptado.

8.6 Resultados dos Estudos Preliminares

Os resultados dos estudos preliminares estão apresentados na tabela 23. Analisando os resultados dos estudos preliminares realizados, verificou-se que acima de 20% em peso os Letas interferem nas propriedades tecnológicas, diminuindo a resistência mecânica (TRF) e consequentemente aumentando a absorção de água (AA), ficando convencionado o intervalo de 0 a 20% de Letas para delimitar a região de estudo, assim como os intervalos das temperaturas de 900°C a 1100°C.

Tabela 23. Resultados dos estudos preliminares para RLq; AA; PA; MEA. TRF; com temperaturas de queima a 850°C e 1050°C.

LETA 1 (850 °C)	0%	5%	7,50%	10%	15%	20%	30%
RLq (%)	0,32	0,65	0,98	0,32	0,81	0,65	0,65
AA (%)	14,97	15,76	16,57	17,67	19,36	21,30	27,26
PA (%)	28,54	29,16	29,67	30,95	32,75	34,93	40,69
MEA (g/cm³)	1,91	1,85	1,79	1,75	1,69	1,64	1,49
TRF (MPa)	9,87	11,50	11,28	11,08	6,71	5,32	0,93

LETA 2 (850 °C)	0%	5%	7,50%	10%	15%	20%	30%
RLq (%)	0,16	0,49	0,49	0,49	0,81	1,30	0,65
AA (%)	14,97	17,27	18,75	18,39	21,87	25,48	32,32
PA (%)	28,57	28,80	31,92	31,24	35,22	38,71	44,09
MEA (g/cm³)	1,908	1,66	1,70	1,69	1,61	1,51	1,36
TRF (MPa)	10,59	8,53	10,98	6,36	5,96	3,41	1,62
LETA 1 (1050 °C)	0%	5%	7,50%	10%	15%	20%	30%
RLq (%)	1,83	3,55	3,91	3,91	3,565	4,43	4,25
AA (%)	13,76	12,20	12,92	14,53	14,967	16,11	20,96
PA (%)	27,05	24,28	25,27	27,10	27,397	28,71	34,09
MEA (g/cm³)	1,96	1,98	1,95	1,86	1,830	1,78	1,62
TRF (MPa)	18,12	18,46	18,87	20,03	15,26	12,37	8,22
LETA 2 (1050 °C)	0%	5%	7,50%	10%	15%	20%	30%
RLq (%)	2,35	2,51	2,17	2,51	2,51	2,86	3,361
AA (%)	13,65	14,53	15,81	17,54	21,23	22,94	31,20
PA (%)	27,45	27,40	28,80	30,79	34,89	36,44	43,68
MEA (g/cm³)	2,011	1,885	1,82	1,75	1,64	1,58	1,40
TRF (MPa)	19,76	16,35	11,20	9,50	8,85	5,93	2,15