

INCORPORAÇÃO DE CINZA DE CAPIM-ELEFANTE EM
CERÂMICA VERMELHA

ALINE MÁRCIA FERREIRA DIAS DA SILVA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

2013

INCORPORAÇÃO DE CINZA DE CAPIM-ELEFANTE EM CERÂMICA VERMELHA

ALINE MÁRCIA FERREIRA DIAS DA SILVA

“Dissertação apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais”.

Área de concentração: Materiais e Meio Ambiente
Orientador: Prof. Dr. Carlos Maurício Fontes Vieira

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

MAIO - 2013

INCORPORAÇÃO DE CINZA DE CAPIM-ELEFANTE EM CERÂMICA VERMELHA

ALINE MÁRCIA FERREIRA DIAS DA SILVA

“Projeto de dissertação apresentado ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais”.

Área de concentração: Materiais e Meio Ambiente

Aprovada em: 29 de Maio de 2013

Comissão Examinadora:

Prof. D.Sc., Fabiana V. da Fonseca Araújo (EQ – UFRJ)

Prof. D.Sc., Gustavo de Castro Xavier (LECIV - UENF)

Prof. D.Sc., Eduardo Atem de Carvalho (LAMAV - UENF)

Prof. D.Sc., Carlos Maurício Fontes Vieira (LAMAV - UENF)

Orientador

Dedico este trabalho a meus pais, Rosane e Messias, que de forma brilhante e inquestionável sempre me incentivaram com atos e palavras de apoio me mostrando que eu poderia e posso alcançar meus sonhos e objetivos com paciência, perseverança e dedicação. É por mim e por vocês que hoje estou aqui. Amo muito vocês!!!

AGRADECIMENTOS

Deus...

Orientador

Professores da UENF, USP, IME (Sérgio Neves)

Técnicos UENF, UFRJ, USP

UENF

CAPES

Aos colegas que me ajudaram na interpretação de dados como Felipe Perissé...

Pais, Irmã

Amigos Repúblicas, Mestrado, BJ...

Sumário

| | |
|--|-----------|
| INDICE DE FIGURAS..... | IX |
| INDICE DE TABELAS..... | IX |
| 1. INTRODUÇÃO..... | 9 |
| 2. OBJETIVOS..... | 9 |
| 3. JUSTIFICATIVAS..... | 9 |
| 4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... | 9 |
| 4.1 Argila..... | 5 |
| 4.2 Argilominerais..... | 6 |
| 4.3 Cerâmica..... | 7 |
| 4.3.1 Classificação Geraldo Setor Cerâmico..... | 8 |
| 4.3.2 Cerâmica vermelha..... | 10 |
| 4.3.2.1 Técnicas de Fabricação de Cerâmica Vermelha..... | 11 |
| 4.4 Resíduos..... | 12 |
| 4.4.1 Classificação de resíduos..... | 13 |
| 4.4.2 Utilização de resíduos em cerâmica..... | 14 |
| 4.5 Cinzas..... | 16 |
| 4.5.1 Incorporação de cinzas em materiais cerâmicos..... | 16 |
| 4.6 Biomassa..... | 28 |
| 4.6.1 Capim Elefante..... | 29 |
| 5. MATERIAL E MÉTODOS..... | 31 |
| 5.1 Materiais..... | 32 |
| 5.2 Métodos..... | 33 |
| 5.2.1 Análise mineralógica e morfológica da cinza..... | 33 |
| 5.2.2 Análise da composição Química – Fluorescência de raios- X (FRX)..... | 34 |
| 5.2.3 Análises Térmicas (ATD/TG/DTG)..... | 34 |
| 5.2.4 Formulação da massa para cerâmica..... | 34 |
| 5.2.4.1 Plasticidade..... | 35 |
| 5.2.4.2 Preparação dos corpos cerâmicos..... | 35 |
| 5.2.5 Caracterizações dos corpos cerâmicos..... | 36 |
| 5.2.5.1 Análise Mineralógica..... | 36 |
| 5.2.5.2 Massa Específica Aparente..... | 36 |
| 5.2.5.3 Absorção de Água..... | 37 |
| 5.2.5.4 Porosidade Aparente..... | 37 |
| 5.2.5.5 Retração Linear pós Queima..... | 38 |
| 5.2.5.6 Tensão de Ruptura à Flexão..... | 38 |
| 5.2.5.7 Análise Morfológica..... | 38 |
| 5.3 Avaliações Ambientais..... | 39 |

| | | |
|-------|---------------------------------------|-----------|
| 5.3.1 | Ensaio de Lixiviação..... | 39 |
| 5.3.2 | Ensaio de Solubilização..... | 40 |
| 5.3.3 | Análise de Emissão Atmosférica..... | 40 |
| 6. | CRONOGRAMA DE ATIVIDADES..... | 41 |
| 7. | REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICA..... | 42 |

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Micrografia eletrônica de cristais de caulinita (Callister, 2008).

Figura 2.2: Produtos a base de Cerâmica Vermelha: Bloco de vedação **(a)**; Bloco estrutural **(b)**; Bloco maciço **(c)**; Telha colonial**(d)**. http://www.ceramicavermelha.com/produto.php?pro=41&tit=tit_1. Acessado em 09 de maio de 2012.

Figura 2.3: Ciclo de queima das misturas: argila L/Cinza B e argila S/Cinza F.

Figura 2.4: Comportamento de queima da argila L em função da adição da cinza B (Dondi *et. al.* 2002).

Figura 2.5: Comportamento de queima da argila S em função da adição da cinza F (Dondi *et. al.* 2002).

Figura 2.6: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A0C sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

Figura 2.7: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A10C325 sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

Figura 2.8: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A20C325 sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

Figura 2.8: Mistura 60% em peso de cinzas volantes e 40% em peso de argila: (a) resistência à flexão com a variação da temperatura, (b) curva densificação (Zimmer & Bergmann, 2007).

Figura 2.9: (a) Resistência à flexão após a queima e (b) Retração como uma função da adição de calcário em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Figura 2.10: (a) Absorção de água e (b) porosidade aparente de amostras de cerâmica em função do calcário e teor de cinzas em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Figura 2.11: (a) Resistência à flexão após o fogo e (b) retração linear como função da adição de feldspato (H = 10% em peso, I = J 20% em peso e = 30% em peso),

em substituição do teor de cinzas volantes, em lotes contendo 40 % em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Figura 2.12: (a) absorção de água e (b) porosidade aparente das amostras de cerâmica com adição de feldspato e cinzas em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Figura 2.13: Absorção de água (A.A.) em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

Figura 2.14: Tensão de ruptura em função da temperatura para todas as formulações (Souza *et. al.* 2011).

Figura 2.15: Densidade aparente em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

Figura 2.16: Porosidade aparente em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

Figura 2.17: Imagem do Capim-Elefante da espécie *Pennisetum purpureum*.

Figura 2.18: Ilustração do plantio à geração de energia pela biomassa Capim-elefante. Fonte: <http://epocanegocios.globo.com/Revista/Common/0,,EMI131148-16368,00-O+CAPIM+QUE+GERA+ENERGIA.html>

Figura 3.1: Fluxogramas das etapas experimentais envolvidas no projeto.

Figura 3.2: Imagens do Capim-elefante utilizado no presente trabalho (a); Capim-elefante seco e picotado para queima (b) e; Forno tipo Abóboda (c).

Figura 3.4: Procedimento para extração de sais do resíduo.

Figura 3.3: Imagem do equipamento dilatômetro utilizado no ensaio de dilatométrica.

Figura 3.4: Equipamentos para a determinação do limite de liquidez e plasticidade da massa argilosa. Fonte: <http://www.geotecnia.ufba.br/imagens/equipamentos/Limite%20de%20Liquidez.jpg>

Figura 3.5: Forno elétrico tipo mufla para queima dos corpos cerâmicos.

Figura 3.6: Procedimento para obtenção de lixiviado.

Figura 3.7: Equipamento utilizado para medir a emissão de gases pelas peças cerâmicas – URAS (B) e Forno (C).

Figura 3.8: Sistema de funcionamento do Analisador de Gases na Faixa do Infravermelho (URAS 14 ABB). 1- Fonte térmica (infravermelho); 2- Janela óptica; 3- Obturador eletromecânico; 4- Câmara de gases (N_2 e amostra gasosa); 5- Entrada do gás de amostra; 6- Janela óptica; 7- Amplificador; 8- Câmara de análise (Souza *et. al.* 2008).

Figura 4.1: Difratoograma de raio-X da cinza de Capim-elefante.

Figura 4.2: Curvas de TG/DTG da Cinza de Capim-elefante.

Figura 4.3: Distribuição granulométrica das partículas de cinza de Capim-elefante.

Figura 4.4: Imagem a laser (a) e colorida (b) em microscópio confocal sob aumento x216 das partículas de cinza de Capim Elefante.

Figura 4.5: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com mapeamento por EDS.

Figura 4.6: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

Figura 4.7: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

Figura 4.8: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

Figura 4.9: Difratoograma de raios-X da argila. **C** = Caulinita; **Gi** = Gibsita; **Go** = Goetita, **Mi** = Microclina, **Mu** = Muscovita, **Mo** = Montmorilonita **Q** = Quartzo.

Figura 4.10: Curvas de ATD/TG/DTG da argila amarela de Campos dos Goytacazes – RJ.

Figura 4.11: Curva de distribuição de tamanho das partículas da argila.

Figura 4.12: Prognóstico de extrusão por meio dos limites de Atterberg.

Figura 4.13: Aspecto da amostra antes e após o ensaio de dilatométrica.

Figura 4.14: Evolução do coeficiente de dilatação das amostras.

Figura 4.17: Densidade relativa a seco das composições.

Figura 4.18: Absorção de Água dos corpos de prova de formulações 0%, 5%, 10% e 20% em função das temperaturas de queima: 650°C, 750°C, 850°C, 950°C e 1050°C.

Figura 4.19: Retração linear dos corpos de prova de formulações 0%, 5%, 10% e 20% queimados nas temperaturas de 650°C, 750°C, 850°C, 950°C e 1050°C.

Figura 4.20: Tensão de ruptura à flexão das composições em função da temperatura de queima.

Figura 4.21: Imagem dos corpos de prova depois de sinterizados.

Figura 4.22: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 0% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050°C (430x) (C) respectivamente.

Figura 4.23: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 10% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050 (430x) (C).

Figura 4.24: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 20% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050 (216x) (C).

Figura 4.25: Micrografias da região de fratura da composição sem cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C(C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens B e C.

Figura 4.26: Micrografias da região de fratura da composição com 10% de cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C (C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens A e B.

Figura 4.27: Micrografias da região de fratura da composição com 20% de cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C (C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens B e C.

Figura 4.28: Difratoograma de raio-X das composições sem cinza e com 20% de cinza queimadas a 650, 850 e 1050°C. (A), (B) e (C) cerâmica sem cinza queimada a 650, 850 e 1050°C, respectivamente. (D), (E) e (F) cerâmica com 20% de cinza queimada a 650, 850 e 1050°C, respectivamente.

Figura 4.29: Liberação do gás CO em função da temperatura de queima.

Figura 4.30: Liberação do gás CO₂ em função da temperatura de queima.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Composição química da cinza de Cana-de-açúcar (Borlini *et. al.*2006).

Tabela 3.1: Percentuais de resíduo para incorporação nos corpos argilosos (C0A – argila com 0% de cinza; C5A – argila com 5% de cinza; C10A – argila com 10% de cinza; C20A – argila com 20% de cinza).

Tabela 4.1: Composição química da cinza de Capim-elefante (peso %).

Tabela 4.2: Composição química da argila (peso %).

Tabela 4.3: Resultados dos ensaios de lixiviação da cinza e da cerâmica com adição de cinza.

Tabela 4.4: Resultados dos ensaios de solubilização da cinza e da cerâmica com adição de cinza.

LISTA DE ABREVIACOES

MEV -

EDS -

MO-

INCORPORAÇÃO DE CINZA DE CAPIM-ELEFANTE EM CERÂMICA VERMELHA

Aline Márcia Ferreira Dias da Silva

29 de Maio de 2013

Orientador: Carlos Maurício Fontes Vieira

RESUMO

Com a elevada demanda atual de energia, a matriz energética tem mudado. Há crescente busca por fontes de energias alternativas e renováveis. Recentemente, como exemplo de potencial energia renovável, tem-se a biomassa de Capim-elefante. No entanto, como qualquer material queimado, há geração de cinzas. E como alternativas para o destino ambientalmente correto desse material encontram-se, por exemplo, a agricultura, indústria cimentícia e cerâmica. O objetivo do presente estudo foi determinar o percentual ideal de cinza a ser incorporada, como sua influência nas propriedades físicas, químicas, mecânicas e ambientais em cerâmica argilosa utilizada para a fabricação de produtos destinados à construção civil como blocos de vedação e telhas. Para isso, corpos de prova foram preparados por prensagem uniaxial a 20 MPa a partir de diferentes composições de massa: 0, 5, 10 e 20% de resíduo com repetição de sete vezes. Posteriormente, estes foram submetidos à sinterização em forno elétrico sob diferentes temperaturas (650, 750, 850, 950 e 1050°C). As propriedades físicas e mecânicas determinadas foram: retração linear, absorção de água e tensão de ruptura à flexão. A cinza foi caracterizada por fluorescência de raios X e difração de raios X. Os testes ambientais realizados com a cinza e com as cerâmicas foram lixiviação, solubilização e emissão atmosférica. Os resultados indicaram que a cinza investigada é constituída predominantemente de quartzo, carbonatos e fosfatos. Este resíduo ajusta a trabalhabilidade/plasticidade das argilas de Campos. Na etapa de queima, foi observado que a temperatura exerce uma significativa influência nas propriedades investigadas. Recomenda-se incorporar 10% em peso de cinza na cerâmica para evitar efeito deletério nas propriedades físicas e mecânicas. Assim,

tais cinzas representam potenciais resíduos a serem incorporados em Cerâmica Vermelha como alternativa de destino ambientalmente correto de tal material evitando seu acúmulo em pátios industriais, melhoria das qualidades da cerâmica bem como economia de matéria-prima.

Palavras-chave: Cerâmica vermelha, Capim-elefante, cinza.

INCORPORATION OF THE ELEPHANT GRASS ASHES IN RED CERAMIC

Aline Márcia Ferreira Dias da Silva

May 29th, 2013

Advisor: Carlos Maurício Fontes Vieira

ABSTRACT

With the current high demand for energy, the energy matrix has changed. There is growing demand for alternative energy sources and renewable. Recently, as an example of renewable energy potential, has a biomass of Elephant grass. However, as any material burned, no generation of ashes. And as alternatives to environmentally correct destination of this material are, for example, agriculture, industry, cement and ceramics. The aim of this study was to determine the ideal percentage of ash to be incorporated, as the influence of physical, chemical, mechanical and environmental ceramic clay used for the manufacture of products for construction such as bricks and tiles. For this, test specimens were prepared by uniaxial pressing at 20 MPa from Different grease compositions: 0, 5, 10 and 20 with residue% of repeated seven times. Subsequently, they were subjected to sintering in an electric furnace at different temperatures (650, 750, 850, 950 and 1050 ° C). The physical and mechanical properties were determined: linear shrinkage, water absorption, tensile strength and flexural strength. The ash was characterized by X-ray fluorescence and X-ray diffraction The environmental tests performed with ash and ceramics were leaching, solubilization and atmospheric emission. The results indicated that the investigated ash consists predominantly of quartz, carbonates and phosphates. This residue adjusts the workability / plasticity of clays fields. In step burning was observed that temperature has a significant influence on the properties investigated. Recommended to incorporate 10% by weight of ash in ceramic to prevent a deleterious effect on the physical and mechanical properties. Thus, these ashes represent potential waste to be incorporated into Red Ceramics as alternative environmentally correct destination of such material preventing its accumulation in industrial yards, improving the qualities of ceramics as well as saving raw material.

Keys-word: Red ceramic, Elephant grass, ashes.

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

1.1 Aspectos Gerais

O campo industrial da construção civil vem crescendo a cada dia, e com ele a necessidade de se obter matérias-primas que supram o mercado. Destacam-se como um dos setores desse campo, as indústrias de cerâmica. Logo, faz-se necessário uma melhor compreensão desse setor, mediante tamanha relevância da participação de seus elementos no campo da construção civil brasileira.

Ocorrida no século XVIII, a Revolução Industrial foi o grande marco responsável pelo “start” de toda uma cadeia energética, com o surgimento da máquina a vapor. Desse modo, iniciou-se uma exacerbada dilapidação dos estoques naturais de energia para o provimento das inúmeras sociedades de consumo emergentes. Nesse período da história, houve o surgimento do mercado capitalista tendo a energia como a protagonista da inserção das máquinas em substituição da força motriz de homens e animais.

Atualmente, a fonte de energia primordial e substancial não só do Brasil como do mundo é o petróleo. Concomitantemente, a necessidade de se suprir a demanda energética e os danos ambientais envolvidos – como aproximadamente 500 bilhões de toneladas de gases potencialmente nocivos despejados anualmente na atmosfera - só vem aumentando.

As atividades industriais e os fatores ambientais devem assumir uma relação de harmonia e parceria. Visto isso, em 1993 a World Business Council for Sustainable Development definiu “eco-eficiência” como “produção de bens e serviços a preços competitivos que satisfaçam as necessidades humanas, melhorem a qualidade de vida e, progressivamente, reduzam os impactos ecológicos e a intensidade de utilização de recurso ao longo do ciclo de vida desses bens, até o nível compatível com a capacidade de carga estimada do planeta” (Sey, 2003).

Dessa forma, nota-se uma maior preocupação no desenvolvimento da atividade industrial cerâmica. Atualmente se requer determinadas observações em relação às formas de utilização das matérias-primas utilizadas no processo (lenha e argila) e suas conseqüências socioambientais. Segundo Marques e colaboradores

(2009), um dos maiores desafios que iremos enfrentar serão a ampliação da produção de alimentos e fibras, a obtenção de um ambiente mais limpo e saudável e o desenvolvimento de novas fontes renováveis de energia e produtos químicos.

Dessa forma, para acompanhar a demanda industrial e minimizar danos ao ambiente, a matriz energética tem mudado. Estudos recentes revelam, nas últimas décadas investimentos significativos em pesquisas sobre a utilização de fontes energéticas alternativas e renováveis visando à diminuição dos impactos ambientais (Almeida & Clua, 2006). Destacando entre estas, a energia eólica, energia solar e a biomassa como Eucalipto, Milho, Cana-de-açúcar e Capim Elefante (Coelho, 1999). Entretanto, a escolha da fonte energética renovável a ser utilizada envolve exigências legais nos âmbitos Federal, Estadual e Municipal de cada país.

O termo biomassa, segundo Vianna Junior e colaboradores (2000), se refere a toda e qualquer tipo de matéria orgânica renovável de origem vegetal, animal ou procedente da transformação natural ou artificial da mesma. E do ponto de vista energético, que tenha as características supracitadas podendo ainda ser utilizada na produção de energia. A utilização da biomassa como fonte de energia, atualmente, chega a representar cerca de 11% da produção mundial. No Brasil, esse percentual chega a 28%. E desse, a maior parte é queimada diretamente para aquecimento, preparação de alimentos e processos industriais, ou indiretamente para mover turbinas e produzir eletricidade (Braga, 2005).

No caso das indústrias de cerâmica vermelha, atualmente a lenha de eucalipto ainda permanece como o insumo energético mais utilizado. Devido à exploração indiscriminada e a necessidade de se buscar alternativas energéticas mais eficientes a cada dia, surge a possibilidade de se utilizar outros tipos de biomassa. O Capim Elefante (*Pennisetum purpureum*) é um exemplo.

A queima de biomassa acarreta geração de resíduos, cinzas. Estas cinzas são geralmente constituídas de elevada quantidade de sílica e de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos. Como alternativas para a disposição final desse material encontram-se a agricultura, indústria cimentícia e a própria indústria cerâmica.

No presente estudo, propõe-se incorporar numa típica massa cerâmica de Campos dos Goytacazes - RJ a cinza proveniente da queima de Capim Elefante da própria indústria de cerâmica vermelha.

1.2 Objetivos

Este trabalho tem por objetivo geral caracterizar e incorporar em cerâmica argilosa cinzas provenientes da queima de Capim Elefante (*Pennisetum purpureum*). Para isso, alguns objetivos específicos serão descritos a seguir a fim de que as metas sejam alcançadas:

- Determinar as características físicas, químicas, mineralógicas e morfológicas da cinza;
- Identificar a quantidade ideal a ser incorporada em função da plasticidade/trabalhabilidade da massa argilosa bem como das propriedades físicas e químicas, densidade, absorção de água, retração linear e tensão de ruptura á flexão da cerâmica queimada;
- Correlacionar a microestrutura das cerâmicas queimadas com as propriedades físicas e mecânicas;
- Avaliar a fixação de eventuais elementos tóxicos e perigosos provenientes das cinzas na matriz cerâmica por meio de ensaios de lixiviação e solubilização bem como avaliar os gases emitidos na queima do material cerâmico através de testes de emissões atmosféricas.

1.3 Justificativas

Como justificativas do presente estudo destacam-se:

- Valorização das cinzas como um subproduto. Fator importante também para o ciclo do carbono, visto que a utilização do Capim-elefante como fonte energética não altera a composição média do CO₂ na atmosfera ao longo do tempo, pois utilizam CO₂ para seu desenvolvimento;
- Destinação final ambientalmente correta do resíduo;

- Possibilidade de melhoria do processamento e da qualidade das cerâmicas fabricadas no município de Campos dos Goytacazes com a utilização das cinzas;
- Possibilidade de diversificação da produção com a fabricação de produtos de elevado valor agregado, tornando possível desenvolver uma massa cerâmica menos refratária.

CAPITULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este tópico do trabalho contempla a revisão bibliográfica que tem por objetivo apresentar fundamentos básicos relacionados às matérias-primas, materiais cerâmicos e por fim o resíduo que será utilizado no estudo.

2.1 Argila

Argila é definida como rocha finamente dividida composta por aluminas (Al_2O_3) e sílica (SiO_2) contendo água quimicamente ligada e possuidoras de uma ampla faixa de características físicas, composições químicas e estruturas. Possuem diâmetro esférico equivalente menor que $2\mu\text{m}$ e além de serem constituídas em grande parte por argilominerais, são detentoras de algumas impurezas como compostos (geralmente óxidos) à base de bário, cálcio, sódio, potássio e ferro, e ainda alguma matéria orgânica. Os minerais a base de argila geralmente possuem estruturas cristalinas complicadas, todavia a que prevalece é uma estrutura em camadas (Santos, 1989).

Historicamente a argila é utilizada como material da construção civil desde 4000 anos a.C.. O material começou a ser utilizado em forma de blocos secos quando as pedras naturais começaram a ficar escassas. Segundo a Associação Nacional da Indústria Cerâmica (2002), o registro mais primitivo de um material confeccionado à base de argila, nesse caso o tijolo, foi encontrado nas escavações

arqueológicas na cidade de Jericó, no Oriente Médio, datado do período Neolítico inicial.

Sabe-se, dessa forma, que uma das matérias-primas cerâmicas mais utilizadas até hoje é a argila. Esse material encontrado naturalmente em grande abundância é usado com frequência na forma como é extraído, sem qualquer beneficiamento na sua qualidade. Os produtos à base de argila são facilmente conformados, pois quando misturados nas proporções corretas, a argila e a água formam uma massa plástica muito susceptível à modelagem. Após esse procedimento, a peça passa por um processo de secagem para retirar parte da umidade e posteriormente cozimento a uma temperatura elevada para lhe conceder resistência mecânica (Callister, 2008).

Os produtos à base de argila, em sua maioria, possuem duas classificações abrangentes: os produtos estruturais à base de argila (tijolos de construção, telhas e tubulações de esgoto – aplicações onde a integridade estrutural é importante) e as louças brancas (porcelanas, louças de barro, louças para mesa, louças vitrificadas e louças sanitárias) que adquirem essa cor após cozimento em alta temperatura e em geral são recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor (Callister, 2008). Os seguimentos do setor cerâmico serão detalhados mais adiante.

2.2 Argilominerais

Segundo Santos (1989), argilominerais ou minerais argilosos são silicatos de alumínio hidratados de rede cristalina lamelar ou de estrutura fibrosa, constituídos por folhas, planos ou camadas que se apresentam em cristais muito pequenos ($<2\mu\text{m}$) em forma de lâminas hexagonais e às vezes fibras.

Esses minerais desempenham duas funções muito importantes nos corpos cerâmicos. Quando água é adicionada, eles se tornam muito plásticos, uma condição denominada hidroplasticidade, que é muito importante durante as operações de conformação. E, além disso, eles se fundem a uma determinada faixa de temperatura contribuindo para que uma peça cerâmica densa e resistente possa ser produzida durante o cozimento sem que ocorra fusão completa, de tal maneira que a forma desejada é mantida. Um exemplo de mineral argiloso mais comum é a

caolinita (figura 1). Ela possui uma estrutura de silicatos, em lâmina com duas camadas, relativamente simples (Callister, 2008).

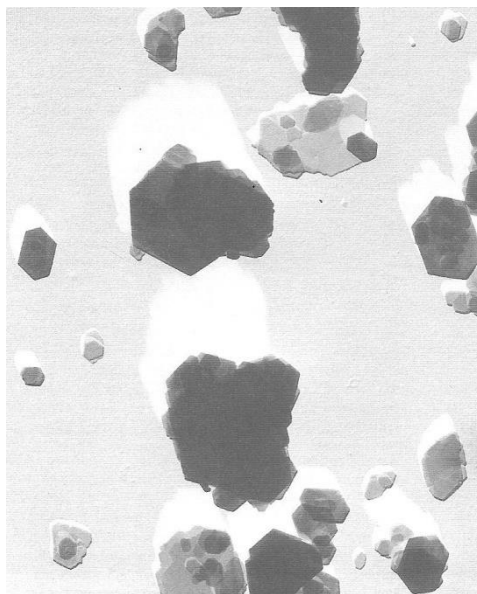


Figura 2.1: Micrografia eletrônica de cristais de caulinita (Callister, 2008).

2.3 Cerâmica

Materiais cerâmicos são compostos formados entre elementos metálicos e não metálicos (na maioria das vezes são óxidos, nitretos e carbonetos), para os quais as ligações interatômicas ou são totalmente ou predominantemente iônicas. Porém, possuem alguma natureza covalente e que ficam utilizáveis geralmente após tratamento térmico a elevadas temperaturas (Barry & Grant, 2007).

De acordo com a literatura, a fabricação de cerâmica no Brasil teve início desde antes a chegada dos colonizadores portugueses em 1500. No entanto, o primeiro impulso à industrialização do setor cerâmico brasileiro ocorreu no final do século XIX, com a instalação da olaria dos Falchi, que contava com um motor de 40 cavalos de potência, dois amassadores de argila e equipamento capaz de produzir telhas (Bellingieri, 2003).

Conforme os anos se passaram, foram surgindo mais empresas no setor e essas passaram por um processo de especialização que originou duas vertentes: olarias especializadas em tijolos e telhas, e as cerâmicas propriamente ditas, focadas na produção de azulejos, louças, potes, tubos e outros produtos

decorativos. Atualmente, há no mercado forte demanda por produtos de cerâmica vermelha com alto valor agregado e destinados a acabamento e revestimento como pisos, soleiras, tijolos, blocos, placas cerâmicas entre outros.

A Indústria Cerâmica tem papel relevante para a economia nacional, sendo um dos setores da Indústria da Construção Civil de expressiva participação no Produto Interno Bruto variando de 5 a 9%, dependendo do ano considerado (SEBRAE/MG, 2005).

Convivem no setor ceramista empresas com alto grau de tecnologia incorporada à fabricação do elemento cerâmico, de grande porte e com atuação no mercado internacional, e empresas de pequeno porte (representando a maioria no setor) ou de produção não formal que produzem itens não-conformes, geralmente deixados para o mercado interno.

2.3.1 Classificação Geral do Setor Cerâmico

Segundo a Associação Brasileira de Cerâmica (ABC), o setor cerâmico é extremamente heterogêneo sendo classificado em nove segmentos diferentes mediante a função das matérias-primas, propriedades e áreas de aplicação.

- I) *Cerâmica Vermelha*: Compreende os materiais com coloração avermelhada, empregados na construção civil, tais como tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas, e utensílios de uso doméstico e decorativos.
- II) *Materiais de Revestimento*: São materiais mais elaborados em forma de placas, usados na construção civil para revestimento de pisos, paredes, bancadas e piscinas, tanto em ambientes internos como em externos: azulejo, pastilha, lajota, piso e grês porcelanato.
- III) *Cerâmica Branca*: é constituída por um corpo branco recoberto por uma camada vítrea transparente e incolor necessária por razões estéticas e/ou técnicas. Esse tipo de cerâmica é constituído por louças sanitárias, as de mesa, isoladores elétricas e cerâmicas artísticas, bem como as de finalidade química, elétricas, térmicas e mecânicas.

- IV) *Materiais Refratários*: aqueles que possuem a capacidade de suportar ciclos repetidos de aquecimento e resfriamento a temperaturas elevadas, o que envolve esforços mecânicos, ataques químicos e outras solicitações. Para suportá-las, vários tipos de matérias-primas ou associações entre elas são utilizados. Dessa forma, podem-se categorizar quanto à matéria-prima ou ao componente químico principal: silicosos, aluminosos, silicoaluminosos, cromítico-magnesianos, zircônicos, dentre outros.
- V) *Isolantes Térmicos*: são divididos em não-refratários e fibras ou lãs cerâmicas, com características físicas que os permitem suportar temperaturas de utilização acima de 2000°C.
- VI) *Fritas e Corantes*: o primeiro é definido como vidro moído, fabricado a partir da fusão de diferentes matérias-primas. É aplicado à superfície do corpo cerâmico que, pós queima, adquire aspecto vítreo. Este acabamento é meramente estético, mas torna a peça impermeável e aumenta a resistência mecânica. E já os corantes, são óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos, obtidos por calcinação e moagem, adicionados aos esmaltes (fritas) e aos biscoitos cerâmicos.
- VII) *Abrasivos*: alguns são obtidos a partir de matérias-primas cerâmicas e por processos semelhantes aos da cerâmica. Ex.: óxido de alumínio eletrofundido e o carbeto de silício.
- VIII) *Vidro, Cimento e Cal*: Apesar de serem importantes segmentos cerâmicos, por suas peculiaridades não são, em geral, enquadrados como tal, e sim considerados como segmentos autônomos (SILVA, 2009).

Ainda que as cerâmicas tradicionais supracitadas correspondam à maior parte da produção, há o desenvolvimento de novas cerâmicas, chamadas de “cerâmicas avançadas”, embasando tecnologias de ponta. Esse novo material, com propriedades elétricas, magnéticas e ópticas com combinações de propriedades exclusivas das cerâmicas, tem sido explorado em uma gama de novos produtos. São utilizadas em sistemas de comunicação por fibras óticas, em sistemas

microeletromecânicos, como rolamentos de esferas, e em aplicações que exploram o comportamento piezoelétrico de uma variedade de materiais cerâmicos (Callister, 2008) como, por exemplo, naves espaciais, satélites, usinas nucleares, materiais para implantes em seres humanos, aparelhos de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos, acendedor de fogão, etc.

Segundo estimativas realizadas pelo SEBRAE (2008), o setor cerâmico só em 2006 foi responsável pelo consumo de aproximadamente 50% de toda energia do país proveniente da queima da lenha, seguida pelo gás natural (26%) e óleo combustível. Em função da representatividade dos volumes de consumo de lenha, a atividade cerâmica deve ter especial atenção quanto aos problemas ambientais causados por sua queima, em função da produção de cinzas, óxidos de enxofre, dióxido de carbono e óxidos de nitrogênio, causadores de chuva ácida e de danos à camada de ozônio (Sebrae, 2008).

2.3.2 Cerâmica vermelha

Como um dos objetivos do presente estudo consiste em estudar os efeitos da incorporação de um resíduo em cerâmica vermelha, a seguir será mais bem detalhado esse seguimento.

Segundo a Associação Nacional da Indústria Cerâmica (2012), a indústria de cerâmica vermelha representa 4,8% da indústria da construção civil que é responsável por 7,3% do PIB nacional (R\$ 3 675 trilhões em 2010 – Fonte: IBGE). Esse setor emprega 293 mil empregos diretos e cerca de 1,25 milhões de empregos indiretos que por mês são responsáveis pela confecção média de 4 milhões de tijolos, 1,3 milhões de telhas e 325,5 Km de tubos.

Na figura 2 estão ilustrados os principais produtos de cerâmica vermelha também conhecida como cerâmica estrutural.

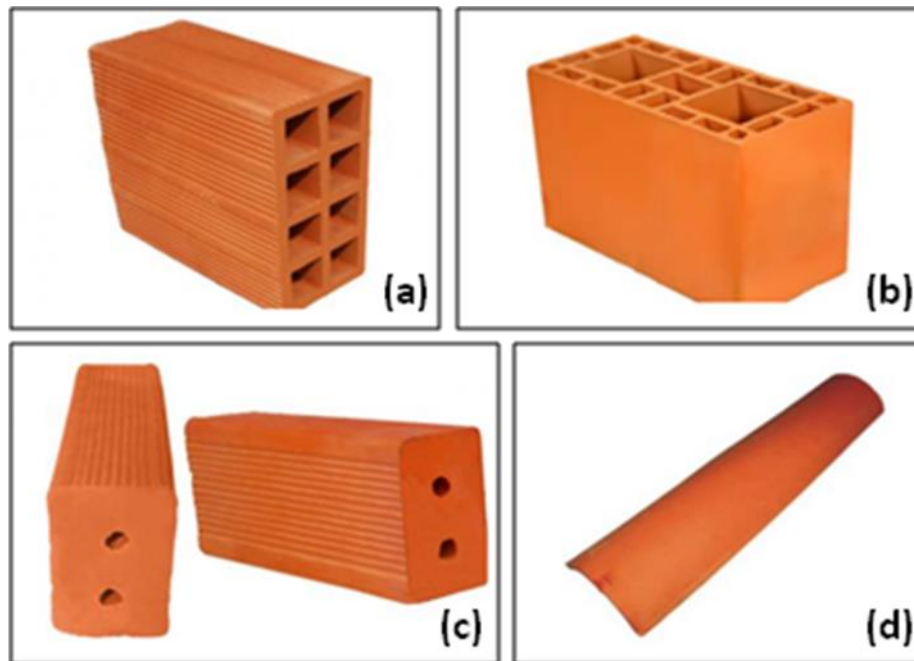


Figura 2.2: Produtos a base de Cerâmica Vermelha: Bloco de vedação **(a)**; Bloco estrutural **(b)**; Bloco maciço **(c)**; Telha colonial**(d)**. http://www.ceramicavermelha.com/produto.php?pro=41&tit=tit_1. Acessado em 09 de maio de 2012.

Através de descrições da literatura, observa-se que o setor de cerâmica vermelha, é capaz de absorver com grande facilidade incorporação de materiais alternativos em sua formulação (Dondi, 1997), de forma que uma das propriedades das argilas que favorecem a inertização dos resíduos é a capacidade de troca de íons. Mediante ao apresentado, nota-se a importância do estudo de resíduos gerados pelas indústrias civil, metalúrgica, siderúrgica, têxtil, mineração, papel e celulose, entre outras e possibilidade de incorporação na massa argilosa.

2.3.2.1 Técnicas de Fabricação de Cerâmica Vermelha

Para confecção de uma cerâmica ou cerâmica estrutural são necessárias basicamente quatro etapas: preparação da massa, conformação das peças, secagem e queima.

As etapas de preparação da massa incluem submissão da matéria-prima a uma operação de moagem ou de trituração, onde os tamanhos das partículas são

reduzidos. Dessa forma, o procedimento é seguido por peneiramento ou classificação granulométrica, com o objetivo de produzir um produto pulverizado com a faixa de tamanho das partículas desejada (Callister, 2008).

Com a finalidade de conformação das peças, nos sistemas multicompetentes, os pós devem ser completamente misturados com água e, talvez, com outros componentes, a fim de produzir características de escoamento compatíveis com a técnica de conformação específica. A peça conformada deve possuir resistência mecânica suficiente para permanecer intacta durante as operações de transporte, secagem e cozimento. Duas técnicas usuais de modelagem são utilizadas para a conformação de cerâmica vermelha: a extrusão e prensagem (Callister, 2008).

A conformação por extrusão destaca-se por ser o método mais utilizado devido seu menor custo, contudo gera produtos de menor valor agregado. É realizado por uma máquina chamada extrusora, onde uma massa na forma de uma pasta plástica e rígida é forçada através de um molde e posteriormente é cortada em tamanhos pré-determinados. Já a prensagem, é um método aplicado a alguns tipos de telhas com maior valor agregado, por ser um método mais caro. Consiste em colocar a massa com menor teor de umidade num molde de borracha ou outro material polimérico, fechando-o hermeticamente, introduz-se numa câmara contendo um fluido, que é comprimido e em consequência exerce uma forte pressão, por igual, no molde (SENAI, 2010).

Após a conformação, as peças cerâmicas são submetidas a um processo de secagem que auxiliará a remover algum líquido, o qual foi adicionado para auxiliar na operação da etapa anterior. Assim, a água contida entre as partículas de argila, nesse processo, é removida. Logo, a separação entre as partículas diminuem, o que se manifesta na peça como contração (Callister, 2008).

A última etapa que compõe o processo de fabricação da cerâmica é a queima ou cozimento que é conduzido normalmente a uma temperatura entre 900 a 1400°C. No entanto, a temperatura exata dependerá da composição e das propriedades desejadas para a peça acabada. Assim, a massa específica e a resistência são melhoradas como resultado de um tratamento térmico à alta temperatura (Callister, 2008).

3. Resíduos

Conforme a norma brasileira NBR 10004 (2004), resíduos sólidos são “... resíduos, nos estados sólidos e semi-sólidos, que resultam de atividades da comunidade de origem: industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Ficam incluídos, nessa definição, os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados com 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 técnicas e economicamente inviáveis, em face da melhor tecnologia disponível”.

3.1 Classificação de resíduos

Resíduos sólidos podem ser classificados de diversas maneiras. Dependendo da metodologia do autor, pode ser pela: fonte de geração, o local de produção, os aspectos sanitários, econômicos e de incineração, o grau de biodegradabilidade, a combustibilidade, entre outros aspectos.

De acordo com o tratamento e a disposição de resíduos em condições satisfatórias dos pontos de vistas ecológico, sanitário e econômico, a norma brasileira NBR 10004(2004) distingue resíduos em:

Resíduos Classe I ou perigosos e Resíduos Classe II ou não-perigosos. Este último por sua vez é subdividido em Resíduos classe II A ou Não inerte e Resíduos classe II B ou Inerte.

- “Resíduos Classe I ou Perigosos: São constituídos por aqueles que, isoladamente ou por mistura, em função de suas características de toxicidade, inflamabilidade, corrosividade, reatividade, radioatividade e patogenicidade em geral, podem apresentar riscos à saúde pública (com aumento de mortalidade ou de morbidade) ou efeitos adversos ao meio ambiente, se manuseados ou dispostos sem os devidos cuidados.”

- “Resíduos Classe II A ou não-inerte: não se enquadram nas definições da Classe I e Classe II B. Apresentam propriedades de solubilidade em água ou combustibilidade e biodegradabilidade.”
- “Resíduos Classe II B ou Inertes: são resíduos que submetidos a um teste de solubilização não tenham nenhum dos seus constituintes solubilizados, em concentrações superiores aos padrões. Exemplos: rochas, tijolos, vidros, alguns tipos de plásticos e borrachas. São aqueles que quando depositados em aterro, não sofrem transformações físicas, químicas ou biológicas importantes.”

Já segundo a agência nacional de Proteção Ambiental norte-americana, resíduo perigoso é caracterizado como: “um resíduo sólido ou uma combinação destes os quais em decorrência da quantidade, concentração ou características físicas, químicas ou infecciosas podem causar ou contribuir significadamente para o aumento da mortalidade ou para o aumento de doenças sérias irreversíveis ou reversíveis incapacitantes; e significar um perigo presente ou potencial para a saúde humana ou meio ambiente quando tratado, armazenado, transportado, disposto ou usado de maneira imprópria.”

3.2. Utilização de resíduos em cerâmica

A incorporação de resíduos de atividades industriais em produtos cerâmicos é uma tecnologia alternativa para reduzir impactos ambientais, como destruição de paisagem, fauna e flora causada por sua disposição indiscriminada. Também consistem numa forma de reciclagem de matérias atendendo exigências de órgão ambientais (Vieira *et. al.* 2007). Segundo Saidelles e colaboradores (2012), uma das formas de minimizar os impactos é a preservação dos recursos naturais ou a reutilização de resíduos.

Segundo Dondi *et. al.* (1997a; 1997b) os resíduos podem ser classificados como resíduos combustíveis, resíduos fundentes, resíduos de cinzas volantes e resíduos de redução da plasticidade/plastificante.

Contudo em 2009, surge uma nova proposta de classificação para resíduos na indústria de cerâmica (Vieira & Monteiro, 2009) contrariamente a Dondi *et. al.* (1997a; 1997b). Essa modificação na classificação foi introduzida nas categorias originais de resíduos para permitir uma maior variedade a ser considerado. Além de resíduos combustível e fundentes, uma categoria de resíduos que afetam a propriedade substituiu o originalmente proposto pelas categoriais de resíduos de cinzas volantes e resíduos de redução da plasticidade/plastificante. Foram classificados em: resíduos combustíveis, resíduos fundentes e por fim resíduos que afetam as propriedades das cerâmicas. Os resíduos combustíveis possuem carbonáceo (matéria combustível que contém carbono). Dessa forma, contribuem energeticamente para o processo de sinterização da cerâmica. São eles: resíduos oleosos (derivados do petróleo), resíduos de lama de alto forno e resíduos de papel; os resíduos fundentes, apresentam teor de compostos alcalinos e alcalino-terrosos que auxiliam no processo de sinterização, reduzindo a temperatura de sinterização, através do aparecimento de uma fase líquida. São eles: resíduos de lamas de rochas ornamentais, resíduos de vidros, cinzas fundentes e resíduos contendo Boro; Já a última categoria que são os resíduos que afetam as propriedades, apresentam substâncias que modificam o comportamento da cerâmica, e não poder ser incluída nas outras categoria supracitadas. São eles: chamote, lodo de estação de tratamento de água, lama e escória do refino do aço, cinzas não-fundentes (bagaço da cana-de-açúcar, por exemplo), resíduos do processo de mineração (resíduos de ferro, cobre, manganês, etc.), lama do processo galvanico, lama de indústria têxtil, lodo de curtume, sobras de construção e demolição e rejeito de areia do processo metalúrgico de redução de minérios.

Quando depositados em locais impróprios, resíduos, de maneira geral, podem causar uma série de danos à saúde humana e também ao meio ambiente como contaminação do ar e de lençóis freáticos, contaminação do solo, assoreamento de rios e de lagos. Dentre esses e outros motivos, uma das práticas estudadas para destinação correta destes resíduos tem sido a utilização em materiais da construção civil, como por exemplo, blocos de vedação e telhas á base de argilas (Dondi, 1997).

Através de buscas na literatura, observam-se pesquisas referentes à incorporação em cerâmica vermelha de uma variedade de resíduos como: escória de siderurgia (Santos Jr *et. al.*, 2005), lodo galvanico e poeira de jateamento (Borgo,

2005), pó de granito (Xavier *et. al.*, 2006), lama da estação de tratamento de água (Ueno & Leite, 2006), pó de vidro de vasilhame (Costa *et. al.*, 2006), cinzas de carvão mineral (Kniess *et. al.*, 2006), resíduo sólido de indústria têxtil (Munhoz, 2006), areia de fundição (Soares *et. al.*, 2006), resíduos sólidos da indústria de galvanização (Mothé *et. al.*, 2006), cinza de lenha de eucalipto (Borlini *et. al.*, 2006), casca de ovo (Freire & Holanda, 2006), minério de ferro (Soares *et. al.*, 2006), resíduo oleoso proveniente do setor petrolífero (Vieira & Monteiro, 2006), cinza de lenha, lodo de estação de tratamento de água e cinza de casca de arroz (Medeiros *et. al.*, 2010), cinza de bagaço de cana-de-açúcar (Souza *et. al.*, 2006; Souza *et. al.*, 2011), entre outros.

4. Cinzas

Cinza é um tipo de resíduo sólido que dependendo de sua composição pode causar poluição atmosférica, gerando sérios problemas à saúde da população humana e também contaminação de solos e da água subterrânea. Elas são geralmente constituídas de elevada quantidade de sílica e de óxidos alcalinos e alcalino-terrosos. Cinzas como as de carvão mineral, por exemplo, são classificadas em cinzas volantes (possuem texturas menos espessas e são arrastadas facilmente pelos gases da fornalha da caldeira) e cinzas pesadas (apresentam textura grosseira e se depositam no fundo das caldeiras) (Silva *et. al.* 1999; Vieira *et. al.* 2007).

Há relatos no decorrer da história que cinzas vêm sendo empregadas em diversos setores como na agricultura para remoção de compostos fenólicos em águas residuais (Khanna & Malhotra, 1977), correção de nutrientes no solo (Martins, 2001), controle de erosão (Tishmack, 2001), painéis anti-incêndio (Vilches, 2002), aditivos em cimento e cerâmicas, fabricação de blocos e tijolos (Calarge *et. al.*, 2000; Chies *et. al.*, 2003; Faria, 2011), entre outros.

4.1 Incorporação de cinzas em materiais cerâmicos

Uma tecnologia alternativa que tem sido estudada com a finalidade de reduzir o impacto ambiental causado pela disposição indiscriminada de cinzas é a

incorporação em cerâmica. As utilizações das cinzas permitem não só sua redução no meio e da disposição inadequada em pátios industriais como diminuição na extração de matérias-primas para confecção cerâmica, além de possibilitar possível melhoria na qualidade nesses produtos.

A seguir alguns estudos que demonstram a incorporação de cinzas em produtos cerâmicos:

- Warpechowski *et. al.* (1999) retratam a utilização do resíduo cinza de carvão mineral como matéria-prima para produtos cerâmicos. No trabalho de Zimmer & Bergmann (2002), esse mesmo resíduo é incorporado a uma argila vermelha plástica fundente e também com um feldspato potássico em nove formulações diferentes e queimados a temperatura de 1150°C. As massas estudadas apresentaram bons resultados, demonstrando um grande potencial para sua utilização no ramo de revestimentos cerâmicos.
- Dondi *et. al.* (2002) em seu trabalho intitulado como Cinza leve de Orimulsion em cerâmica – parte 2: comportamento tecnológico das misturas argila/cinza, avaliou a viabilidade tecnológica da reciclagem de um tipo de cinza, orimulsion (uma emulsão de betume natural em água que é utilizada como combustível em diversas plantas térmicas de energia em todo o mundo) em tijolos de argila. Foram realizadas misturas de duas cinzas provenientes de duas usinas térmicas (cinza B e cinza F) com duas argilas diferentes provenientes de duas cerâmicas distintas (argila L e argila S). As misturas se deram com até 6% de resíduo. Foram analisados tijolos crus e queimados com três diferentes ciclos térmicos para cada série de misturas: um análogo à queima industrial e duas concebido de modo à aumentar o tempo e / ou a temperatura máxima (Fig. 3). Nos queimados com os diferentes resíduos e massas argilosas foram estudados características como retração linear, módulos de ruptura, absorção de água, densidade específica aparente e porosidade (figura 4 e figura 5).

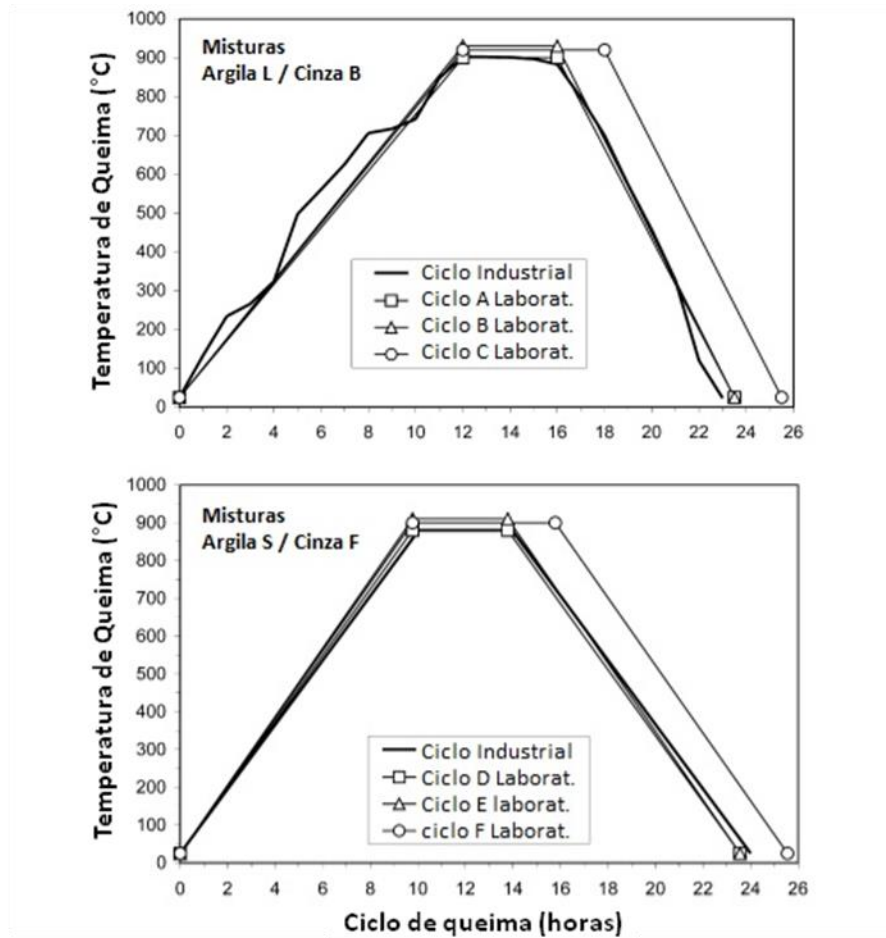


Figura 2.3: Ciclo de queima das misturas: argila L/Cinza B e argila S/Cinza F.

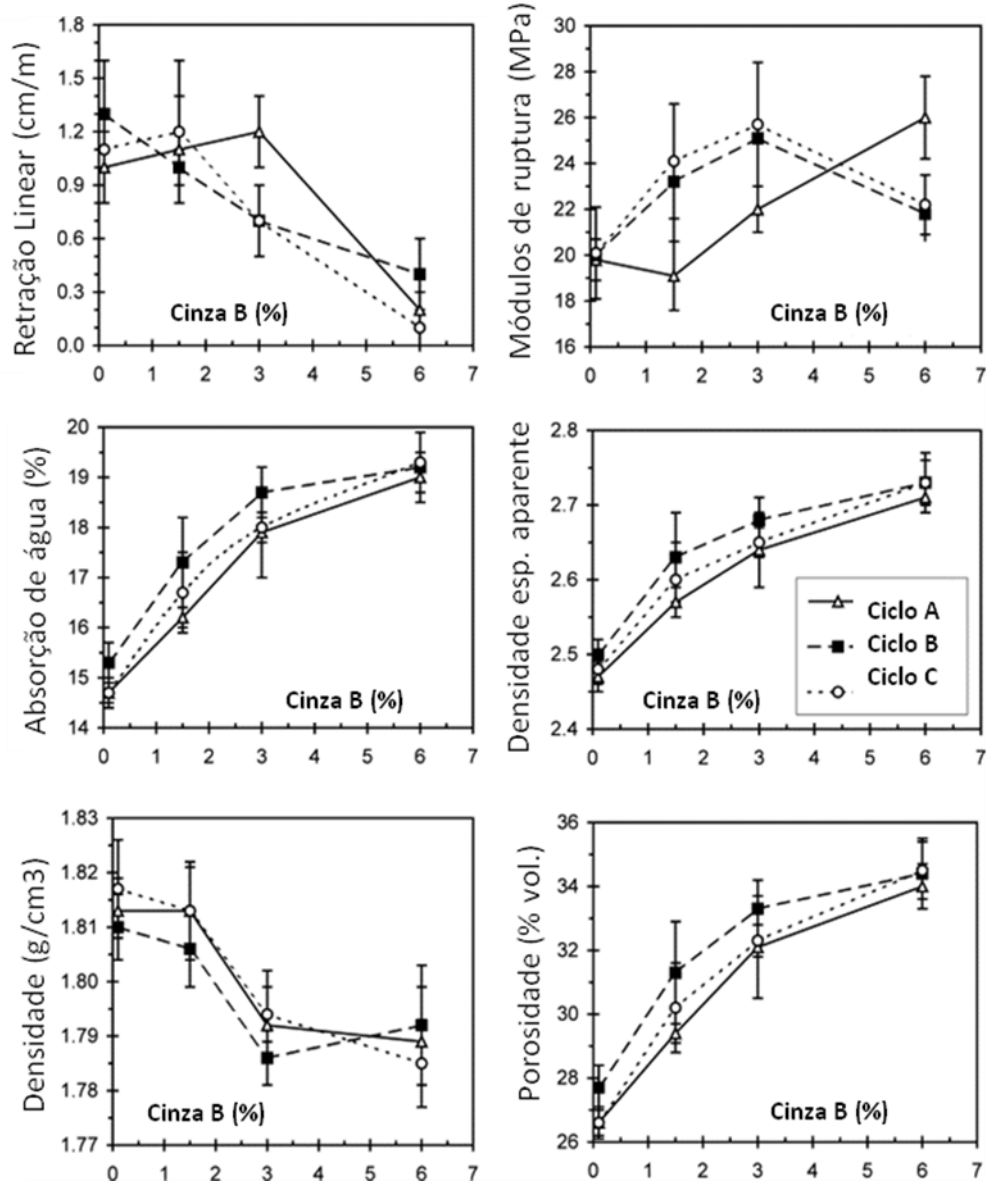


Figura 2.4: Comportamento de queima da argila L em função da adição da cinza B (Dondi *et. al.* 2002).

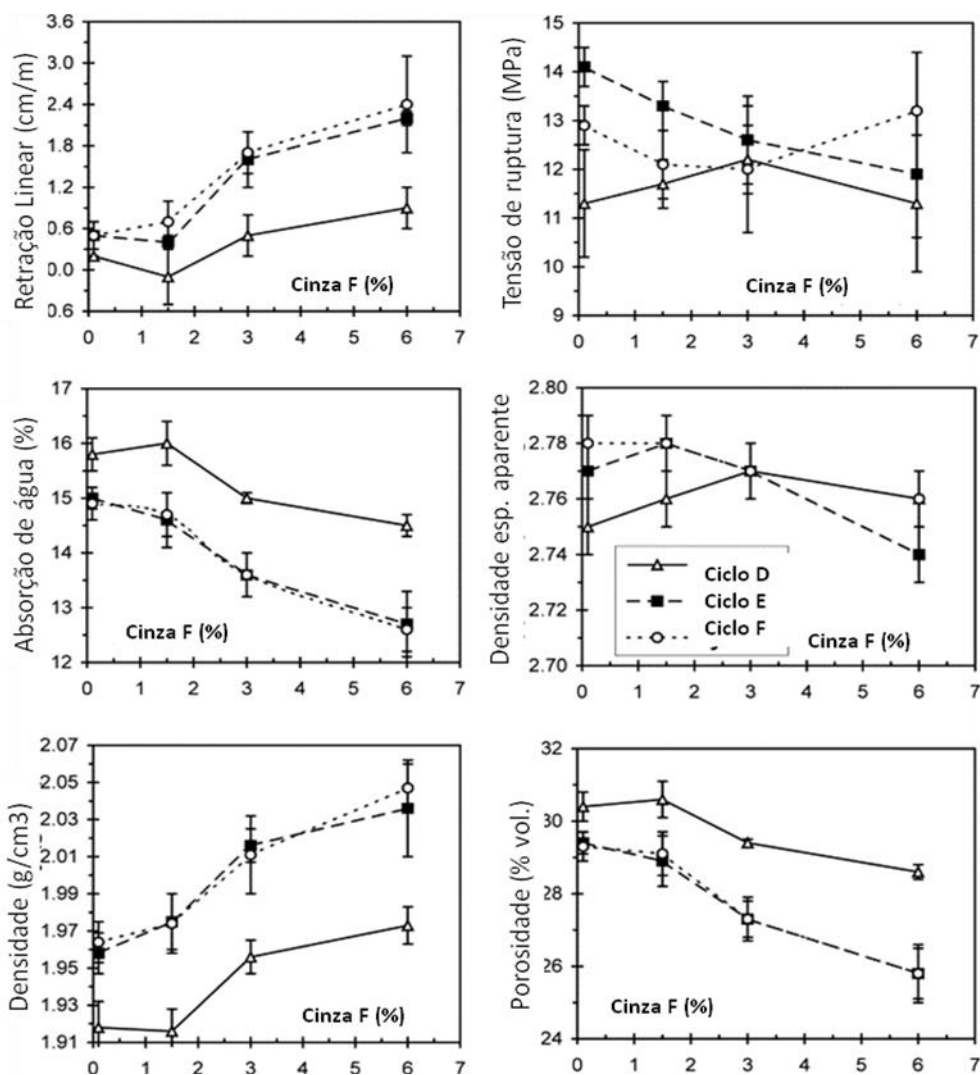


Figura 2.5: Comportamento de queima da argila S em função da adição da cinza F (Dondi *et. al.* 2002).

As adições das cinzas de Orimulsion causaram algumas mudanças prejudiciais nas propriedades quanto à plasticidade, taxa de secagem, porosidade e cor. No entanto, em todos os eventos, os inconvenientes parecem ser toleráveis para adições de 1 a 2% de cinzas. As argilas L, caracterizadas com grãos finos e plásticos aumentou a plasticidade, entretanto, a argila S diminuiu a plasticidade. Em suma, a reciclagem das cinzas estudadas em massas argilosas possui desvantagens toleráveis a níveis tecnológicos, desde que com adição de 1 a 2%.

- Na pesquisa realizada por Cheng & Chen (2003), foi investigada a viabilidade da reciclagem de cinzas volantes da incineração de resíduos domésticos para

produzir vidro e materiais vitrocerâmicos. A sinterização ocorreu sob tratamento térmico a várias temperaturas: 850, 900, 950, 1000 e 1050°C. Dessa forma, chegou-se a conclusão de que esse material tem um bom potencial para a fabricação de agregados leves ou tijolos.

- Aineto *et. al.* (2006) investigaram o papel de um novo tipo de cinzas obtido da gaseificação de carvão na adição em corpos cerâmicos. Na confecção dos corpos de prova, foram adicionadas diferentes concentrações do resíduo em dois tipos de massas argilosas diferentes e posteriormente queimados a 900°C. Pode-se constatar que esse tipo de cinza favoreceu o processo de sinterização com uma conseqüente redução na absorção de água e um aumento na resistência mecânica.
- Borlini *et. al.* (2006) estudaram a influência da temperatura de sinterização nas propriedades físicas, mecânicas e microestruturais de cerâmica vermelha incorporada com cinza de bagaço de cana-de-açúcar. Nesse trabalho, a cinza gerada na calcinação do bagaço em caldeiras de uma indústria sucroalcooleira com composição química demonstrada na tabela 1 foi adicionada à massa cerâmica na proporção de 0, 10 e 20% na confecção dos corpos de prova. Posteriormente, estes foram queimados em três temperaturas diferentes (900, 1050 e 1200°C).

Tabela 2.1: Composição química da cinza de Cana-de-açúcar (Borlini *et. al.*2006).

| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | TiO ₂ | K ₂ O | MgO | CaO | MnO | P ₂ O ₅ | ZrO ₂ | PF |
|-----------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|------------------|-----|-----|-----|-------------------------------|------------------|------|
| Cinza | 77,5 | 4,7 | 3,8 | 0,3 | 5,4 | 3,0 | 2,3 | 0,3 | 2,3 | 0,06 | 0,31 |
| Massa cerâmica | 50,2 | 27,9 | 6,0 | 1,1 | 1,2 | 0,7 | 0,2 | - | 0,2 | 0,03 | 12,4 |

Com incorporação de 20% de cinza, sinterizados a 1200°C, os corpos cerâmicos apresentaram grande diferença na microestrutura em relação às outras composições estudadas queimadas nas demais temperaturas, apresentando grande formação de fase líquida, amostras vitrificadas (figura 6, 7 e 8). No entanto, não houve mudanças significativas nas propriedades físicas e mecânicas analisadas com incorporação do resíduo de granulometria inferior a 44µm.

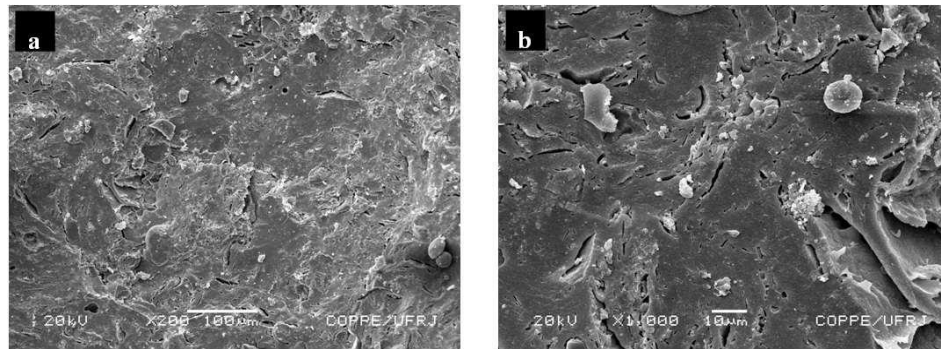


Figura 2.6: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A0C sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

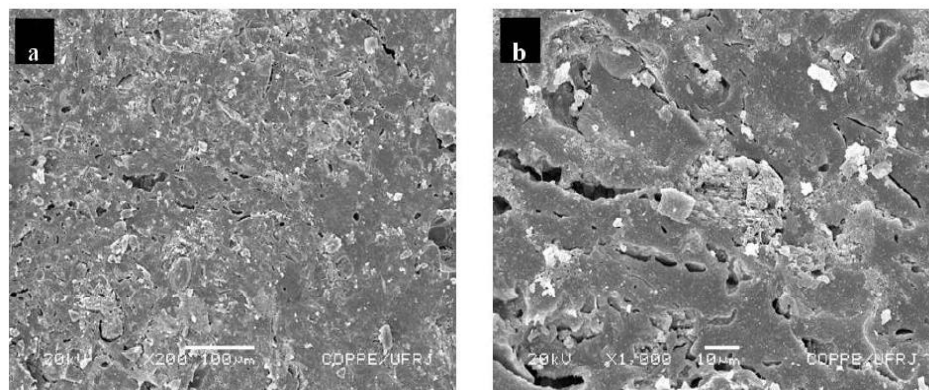


Figura 2.7: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A10C325 sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

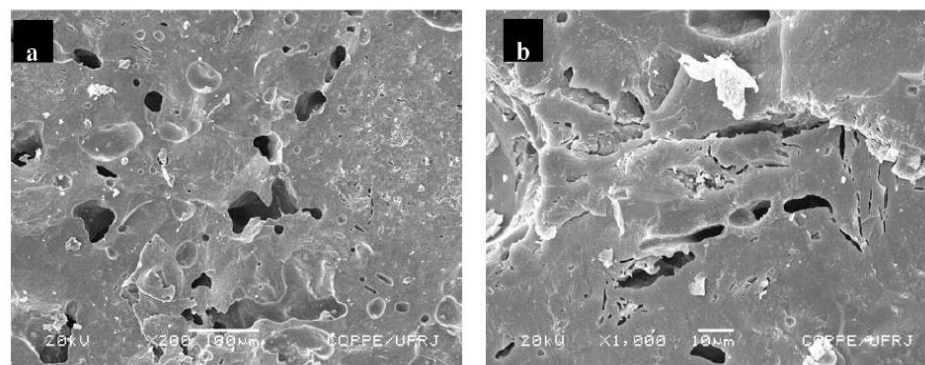


Figura 2.8: Micrografias (MEV) da região de fratura da composição A20C325 sinterizada a 1200°C. (a) 200x; (b) 1.000x (Borlini, *et. al.* 2006).

- Pinatti *et. al.* (2006) estudaram a incorporação de cinza de celulignina em corpos argilosos. Foram realizados ensaios de caracterização, análise

química, análise térmica e microscopia eletrônica no resíduo. As composições cinza, argila e feldspato foram sinterizadas a 1200°C. Os resultados demonstraram que a cinza era composta principalmente por quartzo, óxidos alcalinos e alcalinos terrosos e que quando o feldspato foi substituído parcialmente por essas cinzas de celulignina houve uma melhor vitrificação dos corpos cerâmicos diminuindo a porosidade aberta e aumentando a resistência mecânica. Esta pesquisa também evidenciou que metais pesados presentes nas cinzas tornaram-se inertes após a fase de cozedura.

- Zimmer & Bergmann (2007) investigaram a incorporação de resíduos sólidos em cerâmica vermelha. O resíduo estudado foi a cinza de carvão mineral como matéria-prima na produção de azulejos. Esse resíduo foi caracterizado físico e quimicamente. Foi incorporado de 20 a 80% em peso de resíduo na massa. A seguir serão apresentados os resultados das misturas da cinza estudada e matérias-primas como calcário e feldspato nos corpos argilosos. As figuras 8, 9, 10, 11 e 12 mostram os resultados de retração linear, resistência a flexão, absorção de água e porosidade aparente.

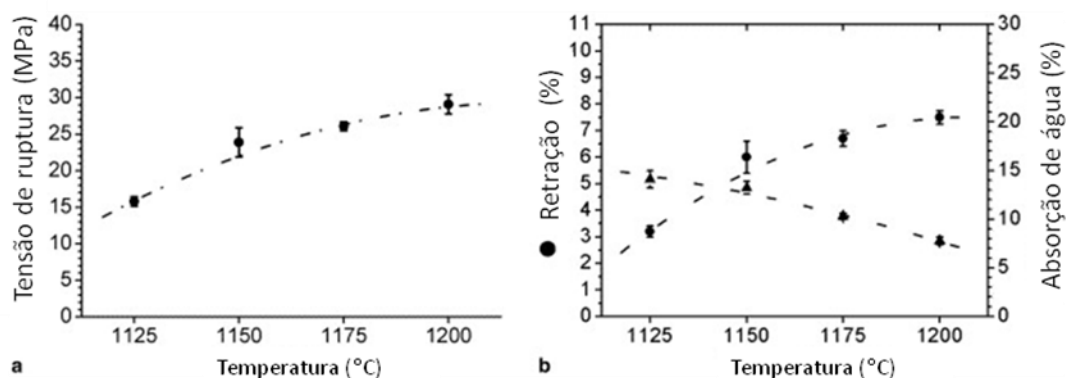


Figura 2.8: Mistura 60% em peso de cinzas volantes e 40% em peso de argila: (a) resistência à flexão com a variação da temperatura, (b) curva densificação (Zimmer & Bergmann, 2007).

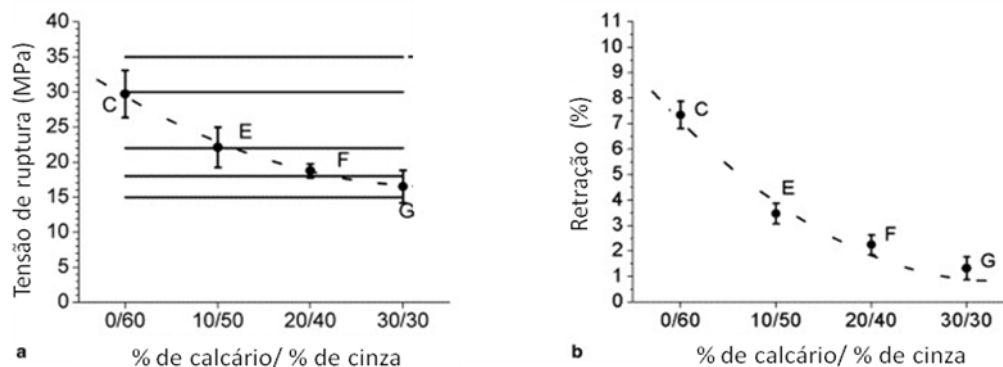


Figura 2.9: (a) Resistência à flexão após a queima e (b) Retração como uma função da adição de calcário em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

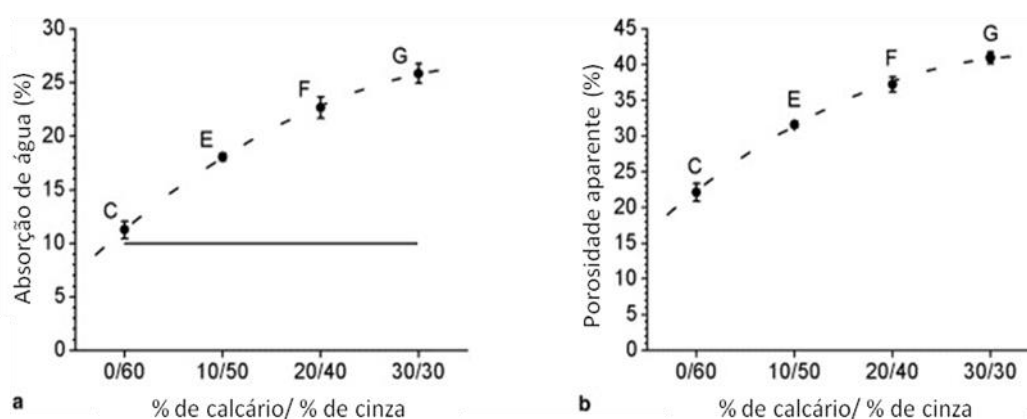


Figura 2.10: (a) Absorção de água e (b) porosidade aparente de amostras de cerâmica em função do calcário e teor de cinzas em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Como pode ser observado, as misturas das cinzas e da argila apresentaram resultados positivos. Entretanto, a mistura mais a adição de calcário também apresentaram bons resultados. Estes promoveram uma redução significativa, como desejada, na contração linear o que acarretou a diminuição à flexão e no aumento de água. Contudo, todos os lotes com cal mostraram propriedades técnicas suficiente para ser classificada no ISO 13006 (1998).

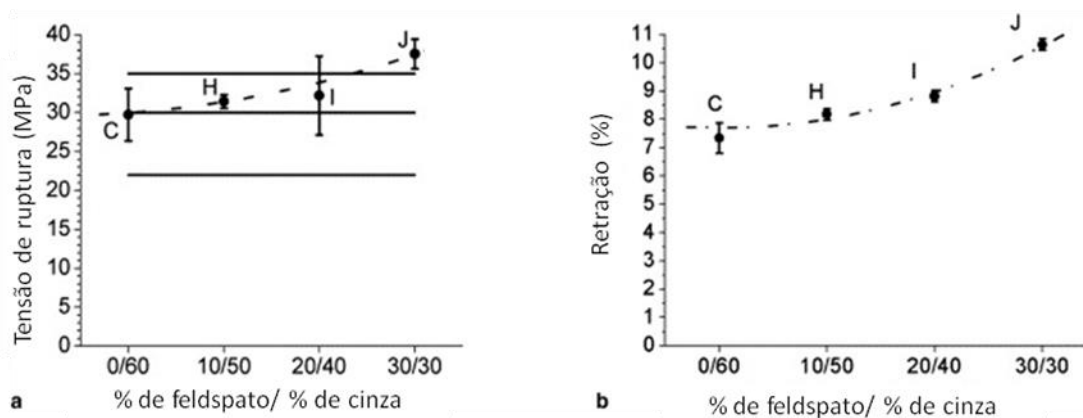


Figura 2.11: (a) Resistência à flexão após o fogo e (b) retração linear como função da adição de feldspato (H = 10% em peso, I = J 20% em peso e e = 30% em peso), em substituição do teor de cinzas volantes, em lotes contendo 40 % em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

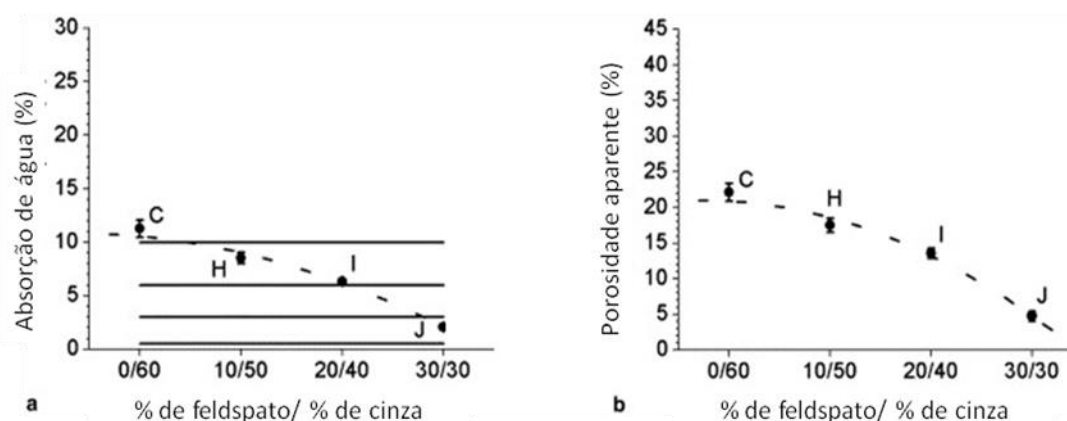


Figura 2.12: (a) absorção de água e (b) porosidade aparente das amostras de cerâmica com adição de feldspato e cinzas em lotes contendo 40% em peso de argila (Zimmer & Bergmann, 2007).

Quando adicionados o feldspato a massa argilosa, houve menor porosidade e aumento da resistência a flexão. Este efeito deve-se a ação eficaz de elementos de fluxo presentes no feldspato.

As misturas das cinzas com a argila demonstraram boas propriedades, mas a adição de outras matérias-primas se faz necessário para se obter outros tipos

de revestimentos cerâmicos e minimizar as heterogeneidades intrínsecas das matérias-primas. Sendo assim, Todos os lotes contendo até 60% apresentaram propriedades adequadas para serem utilizadas como matéria-prima para a produção de azulejos de cerâmica.

- Teixeira *et. al.* (2008) estudaram as cinzas de bagaço de cana-de-açúcar como potencial substituto ao quartzo na cerâmica vermelha. As massas argilosas foram preparadas com adição de 0, 5, 8 e 10% de cinzas. Os corpos de prova foram sinterizados sob temperaturas de 800 a 1200°C. Chegou-se a conclusão de que para obter bons resultados, tijolos sólidos, a quantidade de cinzas na argila estudada é de até 10% em peso e de que houve uma melhoria em propriedades de cerâmica/cinzas sinterizadas a temperaturas mais elevadas que 1000°C.
- Faria *et. al.* (2011) estudaram a da adição do resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar em cerâmica vermelha. Foi investigada a relação entre a incorporação desse resíduo com propriedades tecnológicas da cerâmica vermelha. Investigou-se cinco formulações diferentes (0, 5, 10, 15 e 20 % em peso de resíduo) misturado com argila caulínica queimadas a temperatura de 1000°C. Pós queima, verificou-se retração linear, absorção de água, massa específica aparente, porosidade aparente e resistência à compressão. Dessa forma, os resultados deste trabalho mostraram que o resíduo pode ser utilizado como matéria-prima alternativa, pois influencia positivamente na resistência mecânica em incorporações de até 10%.
- Medeiros (2011) em seu estudo de incorporação de resíduos de cinza de lenha, lodo de estação de tratamento de água e cinza de casca de arroz em massas cerâmicas, realizou caracterização química e mineralógica, análise granulométrica dos resíduos e sua incorporação em massas cerâmicas com variações de composições de 0 a 50%. Dessa forma, este trabalho demonstrou a viabilidade em se utilizar composições com até 25% de resíduo em três temperaturas (800, 900 e 1000°C).
- Faria (2011) na pesquisa da avaliação da adição do resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar nas propriedades e microestrutura de cerâmica

vermelha retratou incorporação de 0, 10 e 20% de cinzas na massa argilosa queimadas as temperaturas de 700, 800, 900, 1000, e 1100°C. Os resultados experimentais indicaram que para as condições estudadas, foi constatado que é possível incorporar até 10 % em peso das cinzas do bagaço da cana-de-açúcar na massa de cerâmica vermelha sem que acarrete prejuízos aos corpos cerâmicos.

- Ruangtaweeep (2011) investigou a reciclagem de cinza leve para produção de vidro a partir da queima de biomassa (casca de arroz, cinzas de folhas de cana-de-açúcar, cinzas de bagaço de cana-de-açúcar). Neste estudo, as biomassas foram queimadas sob diferentes temperaturas (400, 600, 800 e 1000°C), no entanto em mesmas condições. Os resultados encontrados demonstraram que as cinzas queimadas em todas as temperaturas e a de bagaço de cana queimadas a 800 e 1000°C continham sílica em teores maiores que 50%. Isso indica que essas cinzas podem ser usadas como uma fonte de sílica no processo de fabricação de vidro, por exemplo.
- Souza *et. al.* (2011) pesquisaram a reutilização de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar para produzir materiais cerâmicos. Neste trabalho, foi adicionada a massa cerâmica 0, 20, 40 e 60% em peso de cinzas e posteriormente sinterizadas a diferentes temperaturas (500, 800, 900, 1000, 1100 e 1200°C). Representação dos resultados nas figuras 13, 14, 15 e 16.

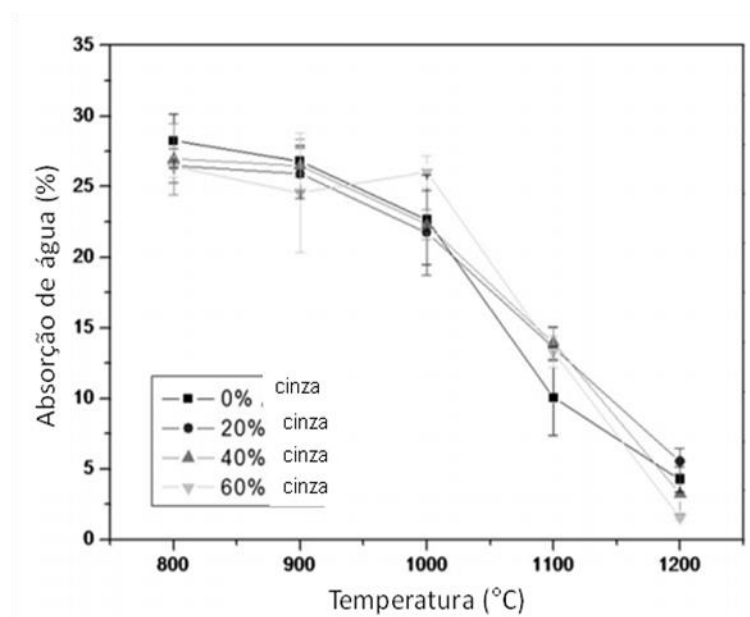


Figura 2.13: Absorção de água (A.A.) em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

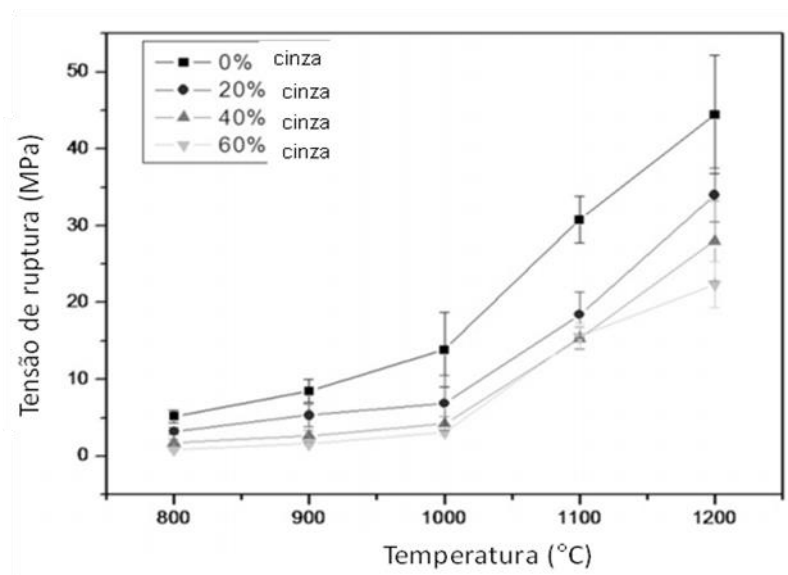


Figura 2.14: Tensão de ruptura em função da temperatura para todas as formulações (Souza *et. al.* 2011).

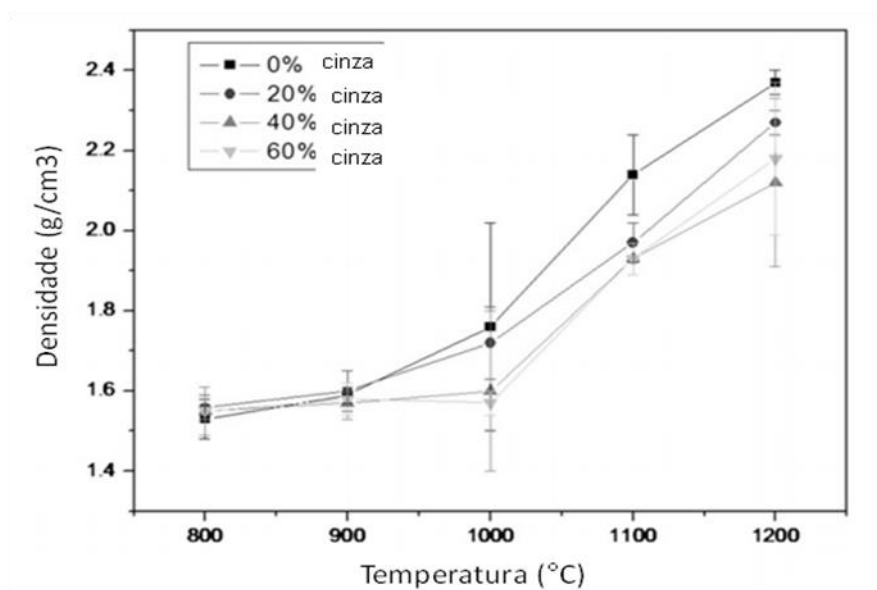


Figura 2.15: Densidade aparente em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

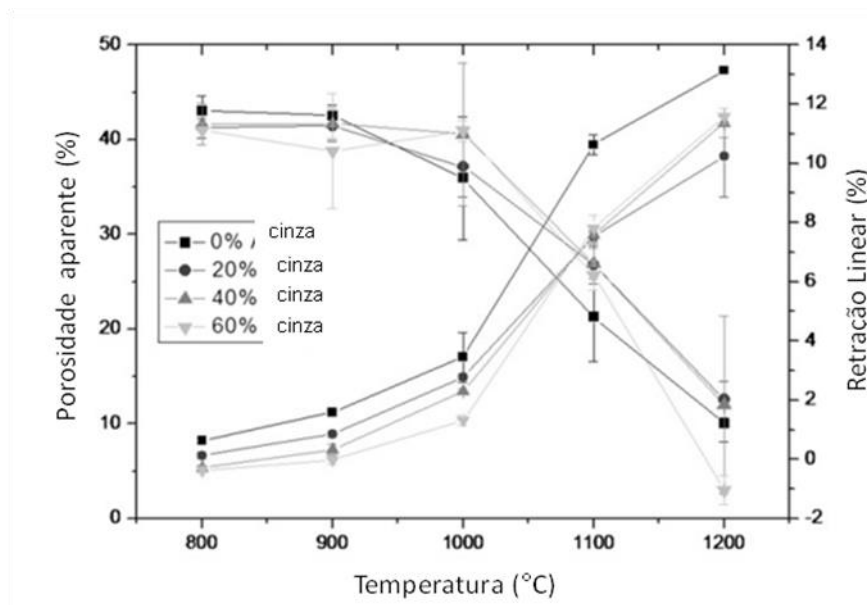


Figura 2.16: Porosidade aparente em função da temperatura para todas as formulações de massa (Souza *et. al.* 2011).

Os resultados, como representado, demonstraram que a temperatura mais indicada para o processo de sinterização foi a de 1000°C na composição de 20% de peso de cinzas, sem que houvesse menores prejuízos nas peças.

4.2. Biomassa

O termo biomassa em sentido amplo é definido como qualquer tipo de matéria orgânica renovável de origem vegetal, animal ou procedente da transformação natural ou artificial da mesma (Vianna Júnior *et. al.*, 2000). Essa matéria é produzida por todos os seres vivos em seus diferentes processos, desde quando fixa energia solar nas moléculas constituintes de suas células, passando por todas as etapas da cadeia alimentar, ou trófica (Bristoti & Silva, 1993). Outros autores, no entanto, definem biomassa como qualquer material derivado da vida vegetal e que seja renovável em um período de tempo inferior a 100 anos (Klass, 1998).

A biomassa possui ampla aplicabilidade, podendo ser empregada no segmento agroindustrial, zootécnico e produção de energia alternativa

complementar ou substitutiva ao petróleo. Nesse sentido várias frentes de pesquisas atuais estudam a utilização desse material como fonte propulsora de energia limpa.

Pesquisas realizadas por Reis e Silveira (2000), discutem que se a biomassa for produzida de forma sustentável, praticamente todo CO₂ liberado na queima do material será extraído da atmosfera durante a fotossíntese realizada pelo cultivo do plantio de reposição.

4.2.1. Capim Elefante

O Capim Elefante (*Pennisetum purpureum*) é uma gramínea perene de origem africana (Charchar, 2008) introduzida no Brasil em 1920 (figura 17). O gênero *Pennisetum* é um dos mais importantes entre as gramíneas tropicais, pois se encontra presente em praticamente todos os estados brasileiros. Segundo Brunken (1977), esse gênero possui aproximadamente 140 espécies.



Figura 2.17: Imagem do Capim-Elefante da espécie *Pennisetum purpureum*.

O capim elefante tem sido inicialmente explorado quanto ao seu potencial energético. Ele dispõe de duas importantes características: além de ser um combustível renovável, descoberto há aproximadamente 15 anos como tal, favorece a diminuição da poluição, pois contribui para a retirada do carbono da atmosfera. Com o preparo da terra, o plantio, a colheita e a secagem, o custo da tonelada de massa seca do capim custa em torno de R\$ 26,00 enquanto que o custo da mesma

quantidade de eucalipto chega a R\$ 125,00. Entre os benefícios supracitados também se inclui o tempo de retorno do investimento, que é baixo. Para o eucalipto, o tempo de espera mínima chega a quatro anos, enquanto que para o capim-elefante o primeiro corte ocorre de 120 a 180 dias após o plantio. Dessa forma, estima-se obter, por ano, em condições ótimas, até 50 toneladas de biomassa seca (ANICER, 2012).

Atualmente a lenha ainda permanece como o insumo energético mais utilizado no caso das indústrias de cerâmica vermelha. Entretanto, os estados do Rio de Janeiro, Goiás, Mato Grosso, São Paulo e Bahia já vem se destacando por serem as primeiras localidades em que o capim elefante está sendo inserido no setor cerâmico. Um exemplo mais objetivo é caso da cerâmica Santa Terezinha localizada em Mato Grosso (ANICER, 2012).

No ano de 2010 as revistas de circulação nacional VEJA e ÉPOCA trouxeram artigos sobre uma recente usina elétrica localizada no estado da Bahia que está produzindo energia elétrica limpa a partir do Capim-elefante sob um investimento de 140 milhões de reais. Como vantagens da utilização da biomassa como fonte de energia e que vem atraindo investidores, está que a gramínea cresce muito mais rápido que seus concorrentes, eucalipto e cana-de-açúcar, podem ser cultivados em áreas degradadas não requerendo adubo para tal, resistentes a seca e capaz de se desenvolver em solos pobres e, sobretudo, produz mais energia. Segundo estimativas, com a mesma quantidade de capim-elefante, obtém-se 84% mais eletricidade do que com a cana e 37% mais do que com o eucalipto. Dentre essas vantagens, após seis meses de plantio, ele já se encontra pronto para corte. Assim, pode-se fazer colheita até duas vezes por ano.

A seguir, através da figura 18, uma pequena ilustração de todo o beneficiamento da biomassa capim-elefante.

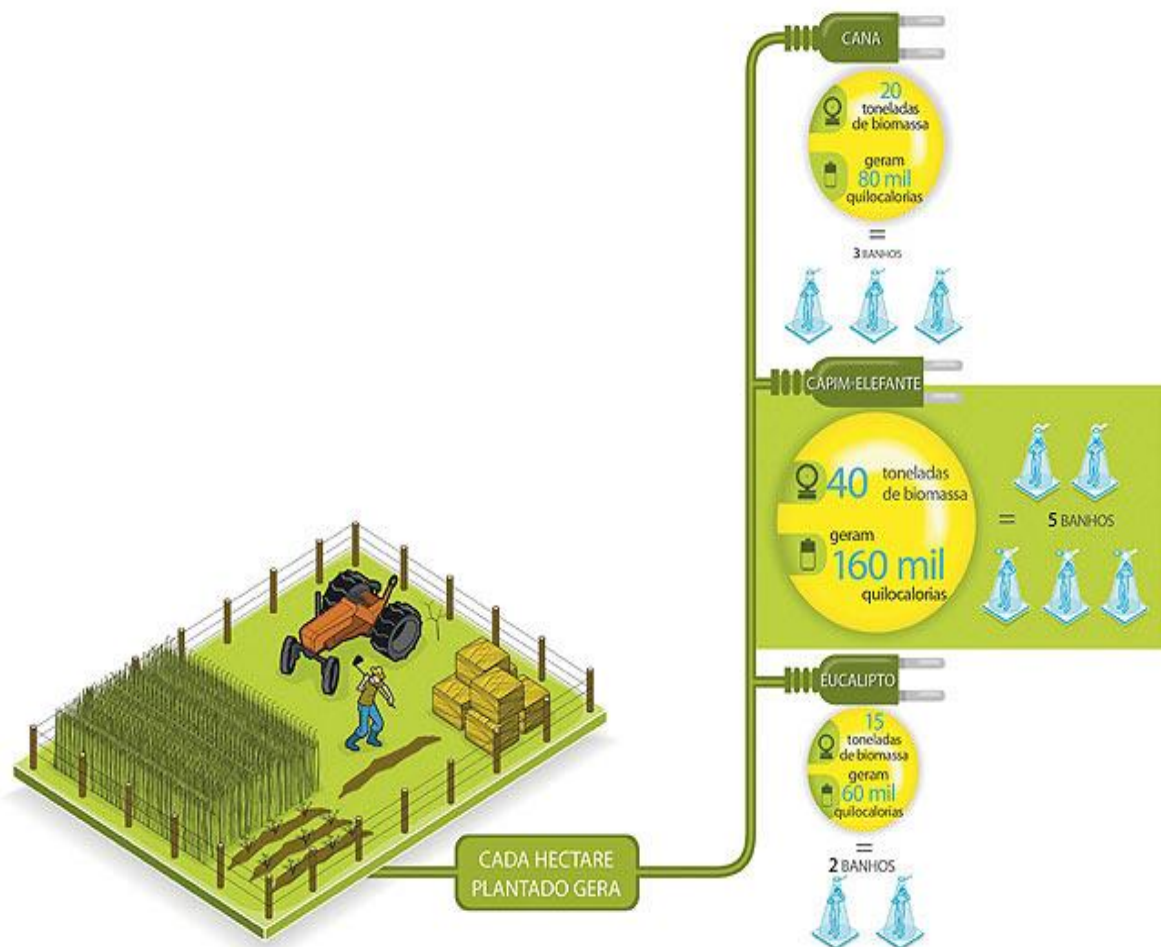


Figura 2.18: Ilustração do plantio à geração de energia pela biomassa Capim-elefante. Fonte: <http://epocanegocios.globo.com/Revista/Common/0,,EMI131148-16368,00-O+CAPIM+QUE+GERA+ENERGIA.html>

4.3 Testes Ambientais quando da utilização de resíduos

Os testes ambientais para certificação de determinado material como matéria-prima de um produto tem deixado de ser um excedente para uma obrigação para o cumprimento de certificações ambientais.

4.3.1 Emissões atmosféricas

Os estágios de queima durante a fabricação da cerâmica pode promover a eliminação de materiais potencialmente tóxicos por meio da volatilização, variações químicas, estabilização na fase vítrea e por emissões atmosféricas. Estudos revelam que, em geral, a queima de massas argilosas podem liberar concentrações consideráveis de certos componentes gasosos como: monóxido de carbono (CO),

dióxido de carbono (CO_2), óxidos de nitrogênio (NO_x), óxidos de enxofre (SO_x), amônia (NH_3) e metano (CH_4) (Morgan, 1993; Souza *et. al.* 2008).

O monóxido de carbono (CO) é resultante de uma combustão incompleta. Além de representar uma perda de energia pode acarretar danos à saúde humana, pois penetra na corrente sanguínea e acarreta interferências no suprimento de oxigênio à atividade celular dos tecidos além de contribuir para a poluição atmosférica. E o dióxido de carbono (CO_2) quando liberado também de forma excessiva na atmosfera, pode causar doenças como, problemas respiratórios, câncer e deficiência neurológica além de ser um dos gases que absorvem a radiação infravermelha, contribuindo para o aquecimento global. Ao contrário de poluições por resíduos sólidos e até mesmo em correntes líquidas, os poluentes atmosféricos possuem um grande volume por unidade de massa e quando lançados na atmosfera, misturam-se com o ar e são levados pelas correntes de vento, em um movimento basicamente não controlável causando danos em áreas muitas das vezes não previstas (Carvalho & Lacava, 2003).

CAPÍTULO 3 – MATERIAL E MÉTODOS

A seguir serão descritos os materiais e a metodologia que foi abordada para a realização deste trabalho. A Figura 19 apresenta o fluxograma das etapas que foram desenvolvidas.

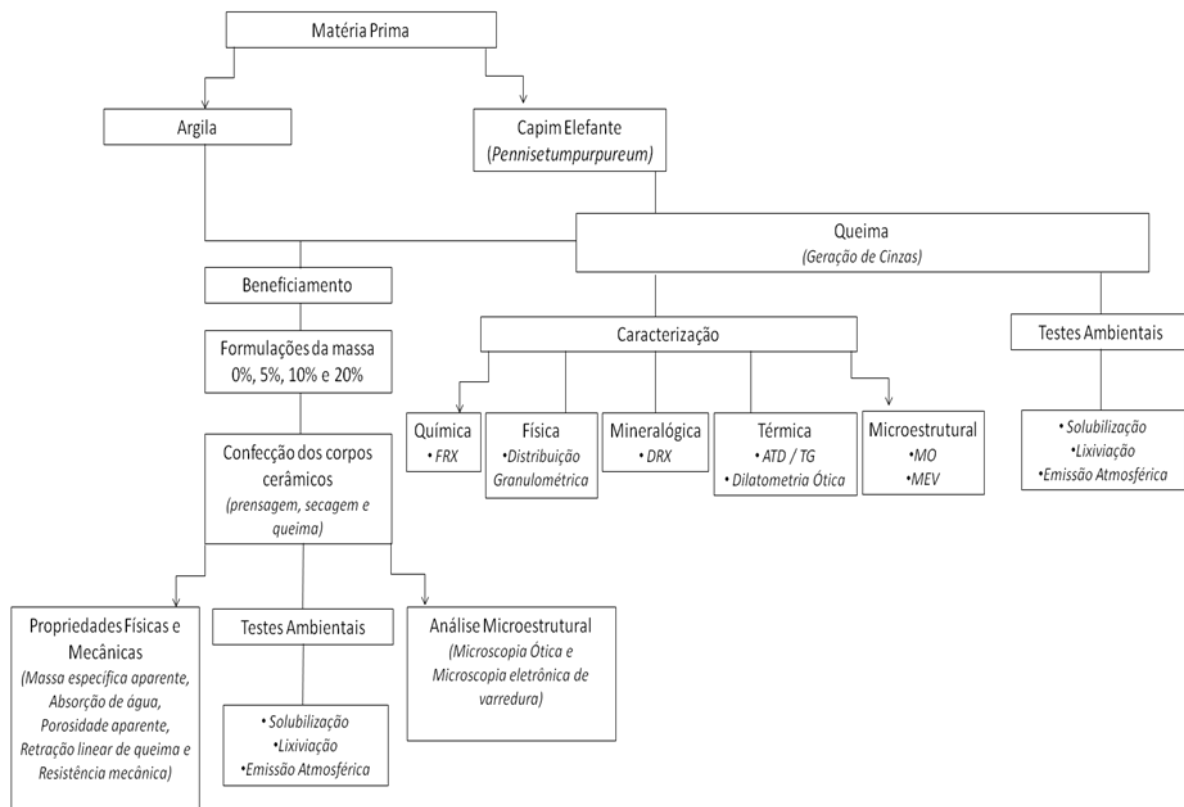


Figura 3.1: Fluxogramas das etapas experimentais envolvidas no projeto.

3.1 Materiais

Como matérias-primas para realização do presente trabalho foram utilizadas cinza de Capim-Elefante e argila. O Capim-elefante (*Pennisetum purpureum*) para obtenção das cinzas foi proveniente do Colégio Técnico Agrícola localizado na cidade de Campos dos Goytacazes - RJ e posteriormente queimado em forno industrial de cerâmica vermelha (figura 20). E a argila utilizada para a confecção dos

corpos cerâmicos foi a argila amarela fornecida pela Cerâmica Sardinha, de Campos dos Goytacazes-RJ.

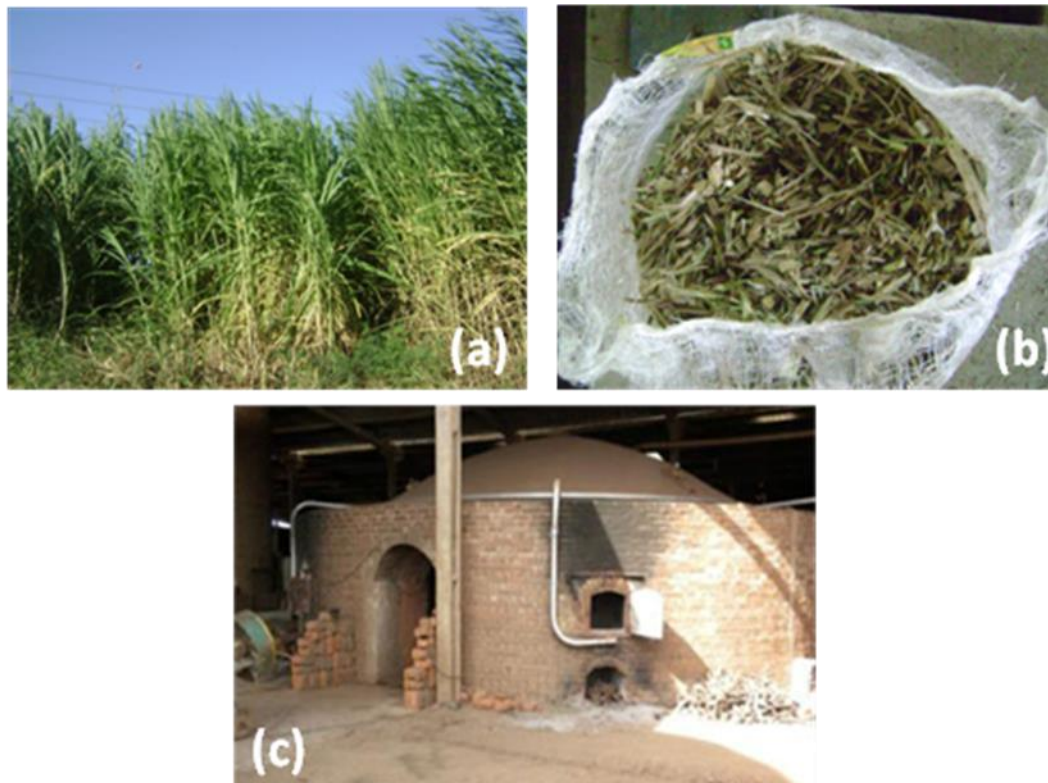


Figura 3.2: Imagens do Capim-elefante utilizado no presente trabalho (a); Capim-elefante seco e picotado para queima (b) e; Forno tipo Abóboda (c).

3.2 Métodos

A metodologia descrita a seguir, para a caracterização das matérias-primas e formulações da massa, foi adotada com o objetivo de determinar as propriedades químicas, mineralógica, térmica, morfológica e ambiental da cinza e análises mecânica, térmica, morfológica, mineralógica e ambiental dos corpos cerâmicos cerâmica, além de propriedades como plasticidade, densidade, retração e tensão de ruptura.

3.2.1 Análise mineralógica e morfológica da cinza

As cinzas foram inicialmente caracterizadas em termos de sua estrutura mineralógica e morfológica. A composição mineralógica foi determinada por fluorescência de raio-X em equipamento de modelo PW Phillips 2400. A identificação da fase qualitativa desse material foi realizada por difração de raio X (DRX). Dessa forma, o DRX foi conduzido nas amostras em forma de pó através de um difratômetro marca SHIMADZU, modelo XRD-7000, operando com radiação de Cu-K α , e 2θ variando de 5° a 85°. As interpretações qualitativas de espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (8) em software BrukerDiffracPlus. A morfologia da cinza foi caracterizada por microscopia multifocal a laser modelo Lext 3D OSL4000 marca Olympus e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de alta resolução no equipamento Jeol JSM-6330F.

3.2.2. Análise da Composição Química – Fluorescência de raios-X (FRX)

A composição química do material foi obtida a partir de análise por fluorescência de raios-X. O equipamento utilizado foi um Espectrômetro por Fluorescência de Raios-X PW2400 da Philips, do Depto. de Geologia da UFRJ, que é munido de tubo de Rh de 3 KW de potência, seis cristais analisadores e dois detectores (selado e fluxo). O software utilizado para as análises foi o SemiQ, desenvolvido pela Philips e que acompanha o equipamento.

A perda ao fogo foi determinada através da obtenção do peso da amostra antes e depois da mesma ser levada a 950°C por meia hora. Os elementos foram detectados a partir da fusão de 1,0 g de pó do material misturados com 7g de tetraborato de lítio. As condições analíticas para a dosagem dos elementos presentes nas amostras foram: detectores selado e de fluxo, cristais analisadores PET, Ge, PX1, PX3 e LIF200 e potência do tubo 24 KV e 90 mA ou 50 KV e 50 mA, dependendo do elemento químico a ser detectado. Com base em análises de padrões, o erro analítico relativo estimado é: Si, Al (<1%), Fe, Mg, Ca (1-2%), Ti, Na, K (3-5%), P e outros elementos traços ($\leq 6\%$). As curvas de calibração foram obtidas a partir da análise de padrões de óxidos puros dos elementos.



Figura 3.4: Procedimento para extração de sais do resíduo.

3.2.3. Análises Térmicas (TG/DTG)

Concomitantemente foram realizadas Análises Térmicas diferenciais e Termogravimétricas (TG/DTG) da amostra das cinzas, onde 25g do material peneirado a 200mesh (75 μm) foram conduzidos simultaneamente em um analisador térmico de modelo TA SDT 2960 operando sobre o fluxo de argônio (100 mL.min – 1) a uma taxa de aquecimento de 10°C /min até a temperatura máxima de 1050°C. As amostras foram analisadas no Laboratório da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ.

3.2.4. Formulação da massa para cerâmica

Com a finalidade de incorporação do resíduo de cinza nas massas argilosas, foram estudadas quatro diferentes formulações (tabela 2).

Tabela 3.1: Percentuais de resíduo para incorporação nos corpos argilosos (C0A – argila com 0% de cinza; C5A – argila com 5% de cinza; C10A – argila com 10% de cinza; C20A – argila com 20% de cinza).

| Materiais para os corpos cerâmicos | Composições % | | | |
|---|---------------|----|-----|-----|
| | A0 | A5 | A10 | A20 |
| | | | | |

| | | | | |
|---------------|-----|----|----|----|
| Argila | 100 | 95 | 90 | 80 |
| Cinza | 0 | 5 | 10 | 20 |

3.2.4.1. Dilatometria

Os ensaios de dilatometria foram realizados no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de São Paulo – USP. Essa técnica consiste na mudança das dimensões de uma amostra que é submetida a uma programação controlada de temperatura e medida em função do tempo. Foram confeccionados quatro Corpos-de-prova prismáticos para as composições de 0, 10 e 20% de cinza incorporada à massa argilosa em matriz de aço caborno. Foi utilizada tensão de compressão de 45 MPa para modelamento. O ensaio de dilatometria foi realizado em um Dilatômetro Linseis L75 Platinum Series conectado a uma fonte de energia modelo Linseis Thyristor – Power Supply L70/2171 sob aquecimento ao ar a uma taxa de 3°C/min até 1100 °C permanecendo durante 10 minutos nesta temperatura. Posteriormente o resfriamento foi realizado dentro do forno, após seu desligamento.

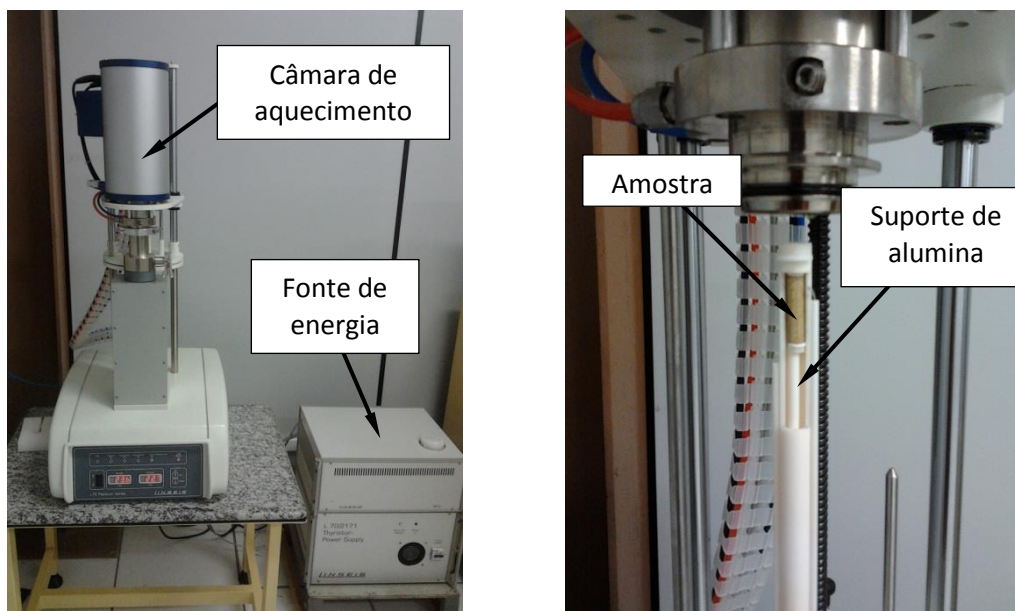


Figura 3.3: Imagem do equipamento dilatômetro utilizado no ensaio de dilatometria.

3.2.4.2. Limite de Plasticidade e de Liquidez das massas



Figura 3.4: Equipamentos para a determinação do limite de liquidez e plasticidade da massa argilosa. Fonte: <http://www.geotecnia.ufba.br/imagens/equipamentos/Limite%20de%20Liquidez.jpg>

Uma massa cerâmica deve possuir condições próximas ao ideal para atender características de uma boa moldagem, secagem e queima objetivando um produto final de qualidade apropriada. Dessa forma, o ideal é que se tenha plasticidade e fusibilidade visando boa trabalhabilidade e resistência mecânica de queima.

Visando o supracitado, a plasticidade e o limite de liquidez das massas cerâmicas foi obtida de acordo com as normas da ABNT NBR-7180 (ABNT, 1984a) e ABNT NBR-6459 (ABNT, 1984b). Foi necessário 150gramas de material (seco ao ar) passado na peneira #40 (0,42mm). O índice de plasticidade (IP) de Atterberg é dado por:

(equação 3.1)

$$IP = LL - LP$$

IP (Índice de Plasticidade): representa a diferença entre o LL e o LP, indicando a faixa de consistência plástica.

LP (limite de plasticidade): é o teor de água, expresso em % do peso de pasta seca a 110°C, acima do qual a massa argilosa pode ser moldada em cilindros, com cerca de 3 a 4 mm de diâmetro e 15 cm de comprimento;

LL (limite de liquidez): é o teor de água, expresso em % do peso da pasta seca a 110°C, acima do qual a massa argilosa, ensaiada no aparelho de Casagrande, ao receber 25 golpes, consegue juntar os dois lados do sulco formado na massa.

Estes ensaios foram realizados no laboratório de engenharia civil (LECIV) da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro.

3.2.5.3. Preparação dos corpos cerâmicos

A argila e a cinza foram desagregadas e passadas em peneira ABNT 20mesh (0,841 mm). Posteriormente foram secas em estufa a 110°C até peso constante. As formulações com 0, 5, 10 e 20% de cinza foram homogeneizadas em moinho de bolas a seco por aproximadamente 30 min. Posteriormente a massa foi umidificada com 8% de água por aspersão. Dessa forma, a massa esteve pronta para confeccionar os corpos-de-prova, por prensagem uniaxial a 20 MPa, em matriz de aço no tamanho 115 x 26 x 12mm e em sete réplicas. Estes foram secos em estufa a 110°C até peso constante. Para sinterização destes, foi utilizado forno elétrico tipo mufla em atmosfera oxidante (figura 21) com uma rampa de aquecimento de 0,2°C/min até atingir as temperaturas desejadas (650, 750, 850, 950 e 1050°C). O forno possui um controlador PID, permitindo simular várias situações de aquecimento, inclusive com a colocação de patamares em diversos pontos da curva de queima. Os corpos de prova foram dispostos enfileirados e horizontalmente.

Antes da sinterização foi determinada a densidade relativa a seco das peças. Isso ocorreu por meio da relação entre a densidade aparente a seco e a densidade real (ASTM, 1972), da argila e da cinza, determinada por picnometria.

Na sinterização, após 180min em temperatura patamar, o forno foi desligado para que as peças fossem resfriadas por convecção natural. Após resfriamento, foi determinada retração linear, absorção de água e os testes de resistência mecânica à flexão em três pontos.



Figura 3.5: Forno elétrico tipo mufla para queima dos corpos cerâmicos.

3.2.6. Caracterizações dos corpos cerâmicos

3.2.6.1. Análise Mineralógica

Para determinação das fases presentes nas peças cerâmicas queimadas foi usada a técnica de difração de raio-X com difratômetro marca SHIMADZU, modelo XRD-7000, operando com radiação de Cu-K α , e 2θ variando de 5° a 85°

3.2.6.2. Densidade Relativa a seco

Para determinar a densidade relativa a seco da cerâmica, pelo método dimensional, foi utilizada a norma ASTM C 373-72 (1997). Foram realizadas medições do comprimento dos corpos de prova com auxílio de um paquímetro digital marca MITUTOYO (resolução +/- 0,01mm) e as massas dos mesmos foram determinadas através de uma balança digital Shimadzu modelo S3000 (precisão de 0,01g). Com um auxílio de um picnômetro, foi determinado a densidade real da argila e da cinza. O cálculo da densidade relativa a seco dos corpos cerâmicos foi realizado com auxílio da seguinte expressão:

(equação 3.2)

$$\rho_{\text{relativa}} = \rho_{\text{ap}} / \rho_{\text{real}}$$

$$\rho_{\text{ap}} = \frac{M}{V}$$

ρ_{ap} : densidade aparente da peça seca ou queimada (g/cm^3);

M: massa (g);

V: volume (cm^3) dos corpos de prova, secos ou queimados, respectivamente.

3.2.6.3. Absorção de Água

Para realização desse ensaio, a norma ASTM C373-72 (ASTM, 1977) foi seguida.

Para dar início, os corpos de prova foram pesados. Em um recipiente com água destilada fervente foram adicionados os corpos cerâmicos que foram mantidos por um período de 2 horas. Após esse tempo o fogo foi cessado e o material resfriado ainda submerso. Em seguida, foi removido o excesso de água na parte superficial das peças para o registro de massa.

O cálculo da absorção de água foi realizado com a seguinte fórmula:

(equação 3.2)

$$AA(\%) = \frac{(P_u - P_s)}{P_s} 100$$

P_u e P_s : representam as massas (g) das peças saturadas em água (úmidas) e secas, respectivamente.

3.2.6.4. Retração Linear pós Queima

Para prática desse ensaio, um paquímetro digital marca MITUTOYO (resolução $\pm 0,01$ mm) foi utilizado de acordo com a norma MB-305 (ABNT). Os

diâmetros dos corpos de prova foram medidos antes da queima e após a mesma e em seguida o cálculo foi realizado através da seguinte expressão:

(equação 3.4)

$$R_{L_s}(\%) = \frac{(L_c - L_s)}{L_c} 100; R_{L_q}(\%) = \frac{(L_s - L_q)}{L_s} 100$$

L_c e L_s : representam o comprimento do corpo de prova após conformação e secagem e L_q após a queima.

3.2.6.5. Tensão de Ruptura à Flexão

Para se determinar as propriedades mecânicas das peças cerâmicas foram realizados ensaio de tensão de ruptura à flexão em três pontos (σ).

O cálculo foi realizado com a seguinte expressão:

(equação 3.4)

$$(\sigma) = \frac{3PL}{2bd^2}$$

σ : tensão de ruptura à flexão, (MPa);

P: carga aplicada no corpo de prova no momento da ruptura, (Newton);

L: distância entre os cutelos de apoio, (mm);

b: largura do corpo de prova, (mm);

d: é a espessura do corpo de prova, (mm).

3.2.6.6. Análise Morfológica

O estudo da microestrutura dos corpos cerâmicos queimados foi realizado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de alta resolução no equipamento Jeol JSM-6330F e microscopia ótica confocal (MO) em microscópio MOTIC Agar-Scientific do LAMAV/UENF.

As peças para MO e MEV foram previamente selecionadas em função da Tensão de Ruptura à Flexão, ou seja, de cada lote foi escolhido a peça que mais se aproximou de uma média de Tensão de cada lote correspondente. Foram analisados

os corpos cerâmicos na composição 0, 10 e 20% de resíduos queimados a 650, 850 e 1050°C.

As superfícies visualizadas (seção de 5mm) tanto para MO quanto para MEV foram as obtidas através de um corte, aproximadamente, de 2mm abaixo do local de ruptura de cada cerâmica. Especificadamente para MEV, as amostras foram metalizadas com ouro em metalizador Shimadzu modelo IC – 50.

3.2.7. Avaliações Ambientais

Para avaliação de impacto ambiental, o resíduo cinza e os corpos de prova pós-queima foram classificados de acordo com as Normas ABNT 10005 e 10006. Dessa forma, posteriormente, foi realizada avaliação do potencial poluidor do resíduo, através dos testes de lixiviação, solubilização e análise de emissão atmosférica que podem ser interpretados como a quantidade de material poluidor mobilizado para o sistema hídrico e para atmosfera respectivamente.

Para os testes ambientais de solubilização e lixiviação, as amostras queimadas, moídas em pilão manual, e as cinzas foram passadas em peneira de 9,5 mm.

3.2.7.1. Ensaios de Lixiviação

De acordo com a Norma Brasileira NBR 10005 - Lixiviação de Resíduos – Procedimentos, nos testes de lixiviação foram utilizados 100g de cinza e 100g material cerâmico moído em recipientes separados mais água deionizada na proporção de 16:1 (Figura 3.5). Após iniciar a agitação, o pH foi medido e corrigido para $5,0 \pm 0,2$ mediante adição de ácido acético $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$. O pH também foi medido e corrigido após 15min, 30min e 60min, contados a partir do final da etapa anterior. E quando houve variação de pH em qualquer uma das etapas, este foi corrigido.

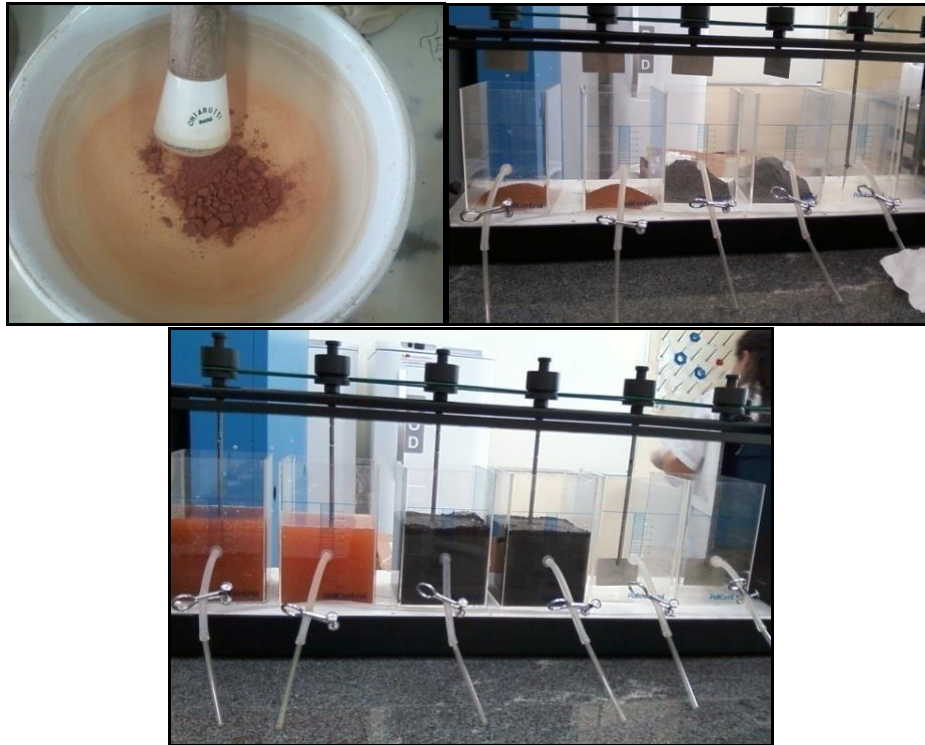


Figura 3.6: Procedimento para obtenção de lixiviado.

A suspensão foi agitada por 24 horas a partir da primeira correção do pH ($5,0 \pm 0,2$) sendo este medido e corrigido de hora em hora para $5,0 \pm 0,2$.

Seguindo, foi adicionada uma quantidade m_1 de água deionizada respeitando a equação da massa: $m_1 = 4m - m_2$ (m_1 = a massa do soluto e m_2 = a massa de ácido acético utilizado no teste). Para essa norma, foi considerada a massa específica da água deionizada e do ácido acético como sendo 1 g/cm^3 .

Dessa forma, a suspensão foi filtrada a vácuo utilizando filtro de membrana de $0,45 \text{ }\mu\text{m}$ e o filtrado foi preservado a 4°C para serem determinados os metais potencialmente tóxicos constantes do Anexo G, listagem 7 da NBR 10004, com exceção de As, Hg e Se. Todos os testes foram realizados em duplicata.

3.2.7.2. Ensaio de solubilização

Para realização desse teste, a norma NBR 10.006 - Solubilização de Resíduos da ABNT foi seguida.

Foram utilizados 250g de cinza e da cerâmica triturada e peneirada. Foram adicionados aos dois materiais 1000 mL de água deionizada. A suspensão foi agitada por 5 minutos e depois o material permaneceu em repouso por 7 dias em frasco de vidro. Após o repouso, o material foi filtrado a vácuo utilizando membrana de 0,45 μ m e o filtrado foi reservado para análise com a finalidade de se determinar os metais potencialmente tóxicos constantes do Anexo H da NBR 10004 [ABNT, 1987 c]. Os testes foram realizados em duplicata.

3.2.7.3. Análise de Gases

Os estágios de queima durante a fabricação da cerâmica pode promover a eliminação de materiais potencialmente tóxicos por meio da volatilização, variações químicas e estabilização na fase vítrea que é normalmente formada por alumino-silicados.

A massa argilosa depois de moldada e dada origem aos corpos de prova passou por um processo de secagem em estufa a 110°C até peso constante. Dessa forma, foram levados para o Laboratório de Ciências Físicas (LCFis) da UENF para sinterização em forno elétrico tubular digital INTI, fabricante MAITEC, modelo FT-1200BI, com controlador microprocessado com precisão de queima de 0,5°C, modelo FE50RP da FLYEVER equipamentos acoplado a um Analisador de Gases na Faixa do Infravermelho (URAS 14 ABB) (figura 3.6). Para detecção e quantificação dos gases de interesse. A técnica fototérmica, como já abordada no trabalho de Souza e colaboradores (8) foi usada para a medida das concentrações dos gases de interesse.

A análise de Emissão Gasosa foi realizada nas peças cerâmicas com e sem adição de cinzas para que seja feita comparação dos gases liberados na queima dos corpos argilosos. Os gases foram coletados em faixas de temperaturas distintas, variando de 250 a 1100°C.



Figura 3.7: Equipamento utilizado para medir a emissão de gases pelas peças cerâmicas – URAS (B) e Forno (C).

Na Fig. 3.7 encontra-se esquematicamente o sistema de funcionamento do URAS-14, onde ocorre a seleção dos comprimentos de onda das espécies sob investigação. De uma mesma amostra de gases, quantificaram-se os compostos gasosos previamente seleccionados: CO e CO₂.

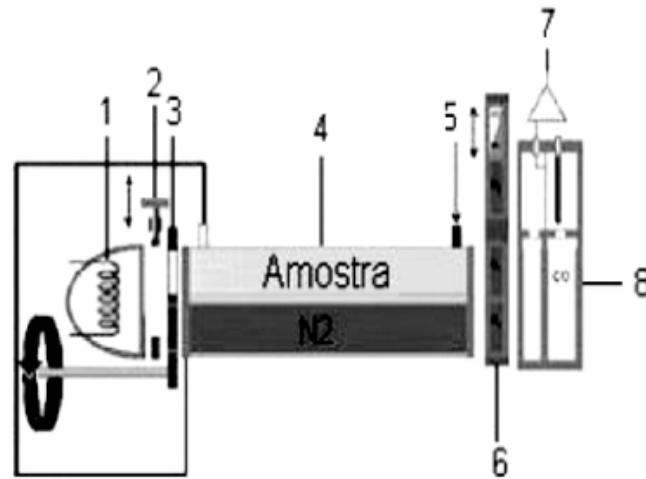


Figura 3.8: Sistema de funcionamento do Analisador de Gases na Faixa do Infravermelho (URAS 14 ABB). 1- Fonte térmica (infravermelho); 2- Janela óptica; 3- Obturador eletromecânico; 4- Câmara de gases (N_2 e amostra gasosa); 5- Entrada do gás de amostra; 6- Janela óptica; 7- Amplificador; 8- Câmara de análise (Souza *et. al.* 2008).

CAPÍTULO 4 - RESULTADOS DE DISCUSSÃO

4.1- Caracterizações das Matérias-primas

4.1.1- Caracterização da Cinza

4.1.1.1 – Caracterização mineralógica

Difratograma de raio-x da cinza

A Figura 4.1 mostra o difratograma de raio-X da cinza. Nota-se uma composição mineralógica bem complexa, conforme indicada na imagem. Observa-se ainda nesta figura, qualitativamente, a formação de um halo difuso característico da sílica amorfa, compatível com a análise elementar que identificou a presença de 40,66% de SiO_2 . As demais fases encontradas foram KMgPO_4 , KCl , CaCl_2 , CaCO_3 , K_2CO_3 , KAlSiO_4 e MgO .

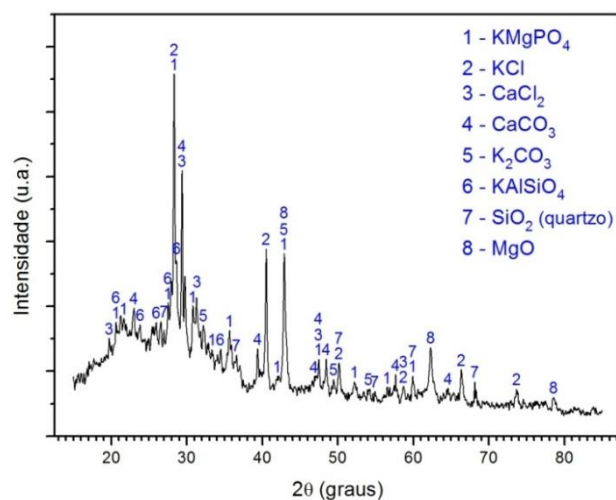


Figura 4.1: Difratograma de raio-X da cinza de Capim-elefante.

Análise Termogravimétrica da Cinza

A figura 4.2 apresenta as curvas TG/DTG da Cinza. Essa análise complementa a caracterização mineralógica por DRX do resíduo e permite conhecer o comportamento térmico do mesmo. A primeira etapa da curva deve-se à desidratação da amostra seguida de um pico exotérmico em aproximadamente 353°C. Este indica energia liberada devido à combustão do material orgânico ainda presente. Em torno de 570°C nota-se um pico endotérmico. Este pico pode ser atribuído à decomposição de componentes residuais orgânicos e também a transformação polimórfica do quartzo o que confirma a predominância de Sílica livre (Si_2) no resíduo. As demais etapas em comparação a outros estudos (Seye *et. al.* 2000; Silva *et. al.* 2001) podem ser atribuídas à decomposição térmica dos carboidratos e proteínas presente no material.

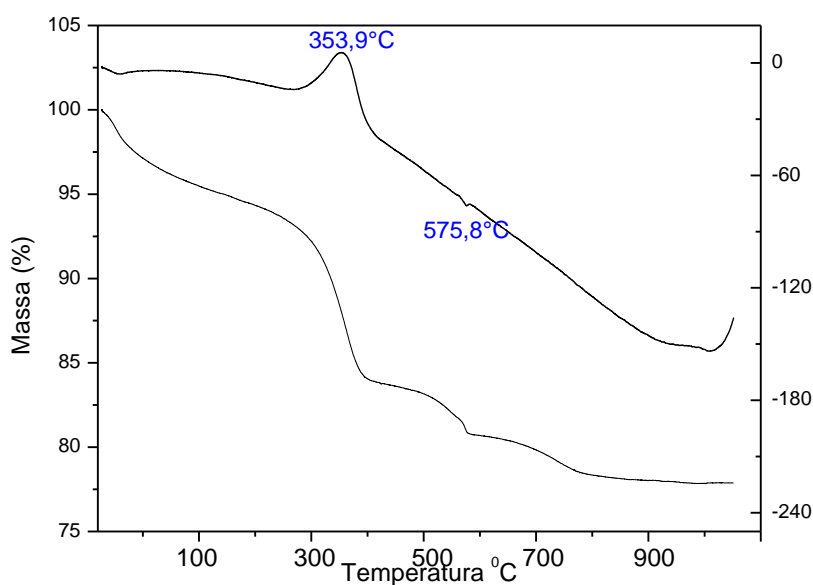


Figura 4.2: Curvas de TG/DTG da Cinza de Capim-elefante.

4.1.1.2 – Caracterização química

Fluorescência de raio-x da Cinza

A Tabela 4.1 apresenta a composição química da cinza de Capim-elefante. Pode-se observar que a cinza é constituída principalmente por Sílica SiO_2 , MgO , CaO , P_2O_5 e K_2O . A quantidade significativamente elevada de K_2O indica um

potencial fundente da cinza. Observa-se uma perda ao fogo de 9,5%, típico de cinzas de outras biomassas (Soares *et. al.* 2000; Dondi *et. al.* 2002; Pinatti *et. al.* 2006; Borlini *et. al.* 2006).

Tabela 4.1: Composição química da cinza de Capim-elefante (peso %).

| Elemento | SiO ₂ | CaO | Fe ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | Na ₂ O | MgO | K ₂ O | P ₂ O ₅ | SO ₃ | Cl | SrO | MnO | ZnO | PF |
|----------|------------------|------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------|-------|------------------|-------------------------------|-----------------|------|------|------|------|-----|
| | 40,66 | 9,25 | 0,74 | 2,09 | 0,76 | 17,34 | 8,14 | 9,17 | 1,65 | 0,33 | 0,05 | 0,14 | 0,19 | 9,5 |

4.1.1.3 – Caracterização física

Distribuição do tamanho de partículas da Cinza

A figura 4.3 apresenta um histograma da distribuição do tamanho de partícula do resíduo. A distribuição granulométrica do resíduo deteve-se a peneiras de 9 a 250 mesh. Observou-se que o maior percentual de cinzas foi retido na peneira com malha 9 (2mm). Constatou-se também que cerca de 60% de todos os tamanhos de partículas de cinza apresentou ser de 2,2 a 0,7mm caracterizando as partículas desse material parcialmente grosseira. Para a fabricação de cerâmica, geralmente se utiliza material laminado abaixo de 2-3mm.

De acordo com a literatura (Genova, 1993) vitrificação e densificação do processo de sinterização de cerâmica são fortemente influenciadas pelo tamanho das partículas. O Capim tem apenas uma fração relativamente pequena de partículas apropriadas para a melhoria dos produtos cerâmicos. Dessa forma, as partículas grosseiras poderiam resultar em defeitos pontuais na cerâmica (Praes & Silva, 1995). No entanto, esse material é de fácil manuseio o que torna possível o preparo e padronização dessas partículas para que se contorne essa desvantagem.

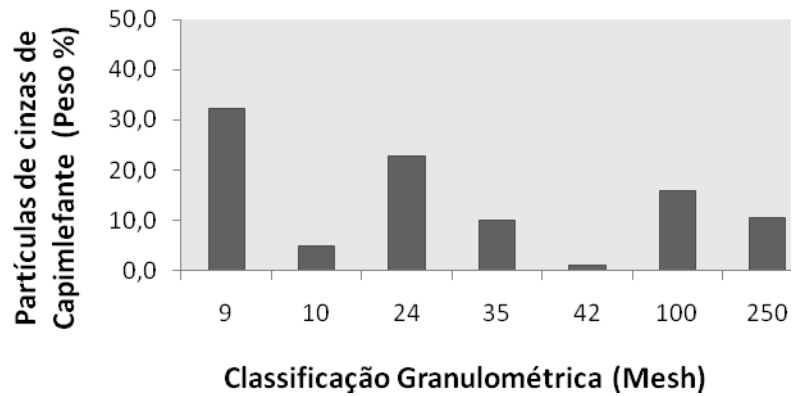


Figura 4.3: Distribuição granulométrica das partículas de cinza de Capim-elefante.

4.1.1.3 – Caracterização morfológica

Microscopia Ótica (MO) da cinza de Capim-elefante

As micrografias a seguir (figura 4.5) correspondem à cinza de capim-elefante investigadas na forma bruta. Nota-se uma variedade de tamanho de partículas. A imagem demonstra partículas totalmente incineradas e partículas do resíduo ainda sem ter entrado totalmente em combustão (indicadas pela seta) demonstrando ausência de homogeneidade do material. Essa técnica de microscopia limita a identificação das partículas.

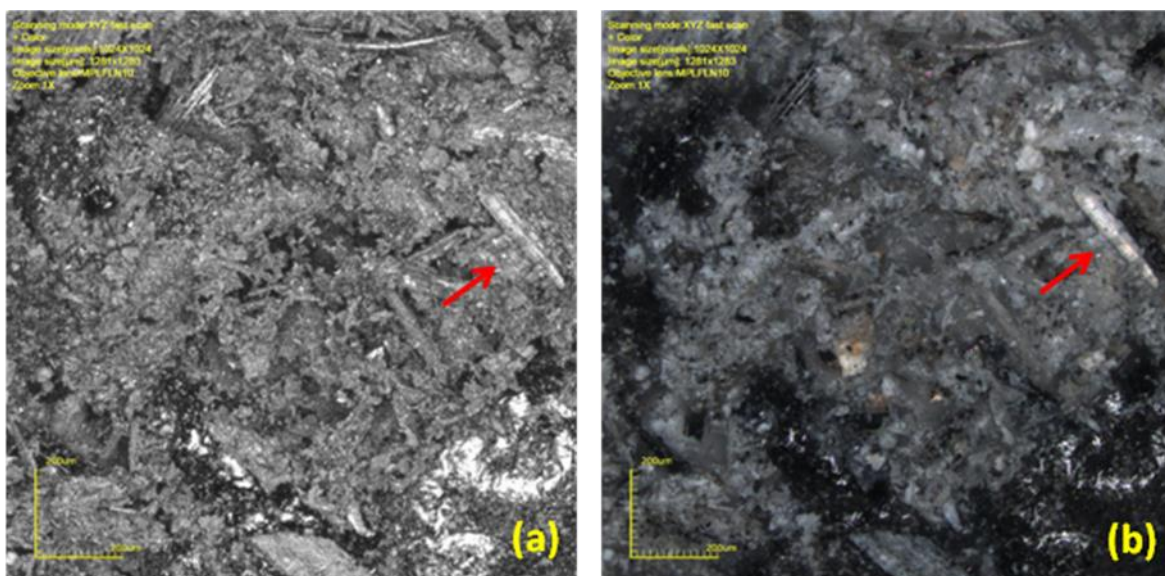


Figura 4.4: Imagem a laser (a) e colorida (b) em microscópio confocal sob aumento x216 das partículas de cinza de Capim Elefante.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da cinza de Capim-elefante

Para uma investigação mais apurada da morfologia desse material, foi realizada Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e identificação pontual por EDS. Pode-se observar na figura 4.5 um aglomerado de partículas onde os maiores picos identificados foram de silício (Si) seguido de alumínio (Al), magnésio (Mg), sódio (Na) e carbono (C) que pode estar relacionado a matéria orgânica do material. Os picos de ouro (Au) dizem respeito à metalização do material para a análise. Além dessa identificação, nota-se a heterogeneidade de tamanho e forma das partículas.

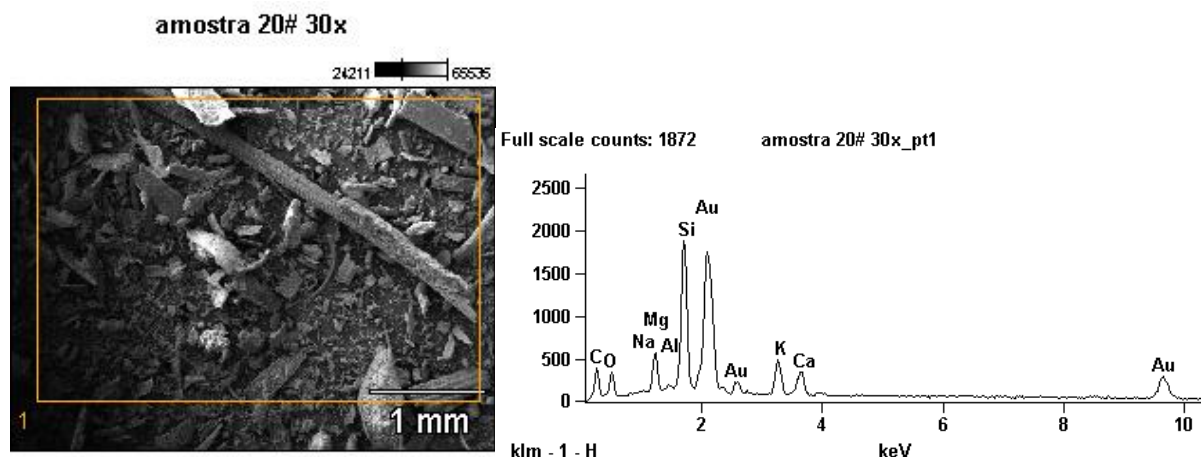


Figura 4.5: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com mapeamento por EDS.

Na figura 4.6 pode ser observada a presença de partículas mais porosas. O mesmo padrão de partículas pode ser observado no trabalho de Faria (2011), onde também estudou a incorporação de cinzas em cerâmica vermelha. A partícula 1 apresentou um alto pico de silício seguido de alguns picos menores de magnésio e potássio enquanto que a partícula 2 apresentou picos de alumínio, silício, cálcio e potássio.

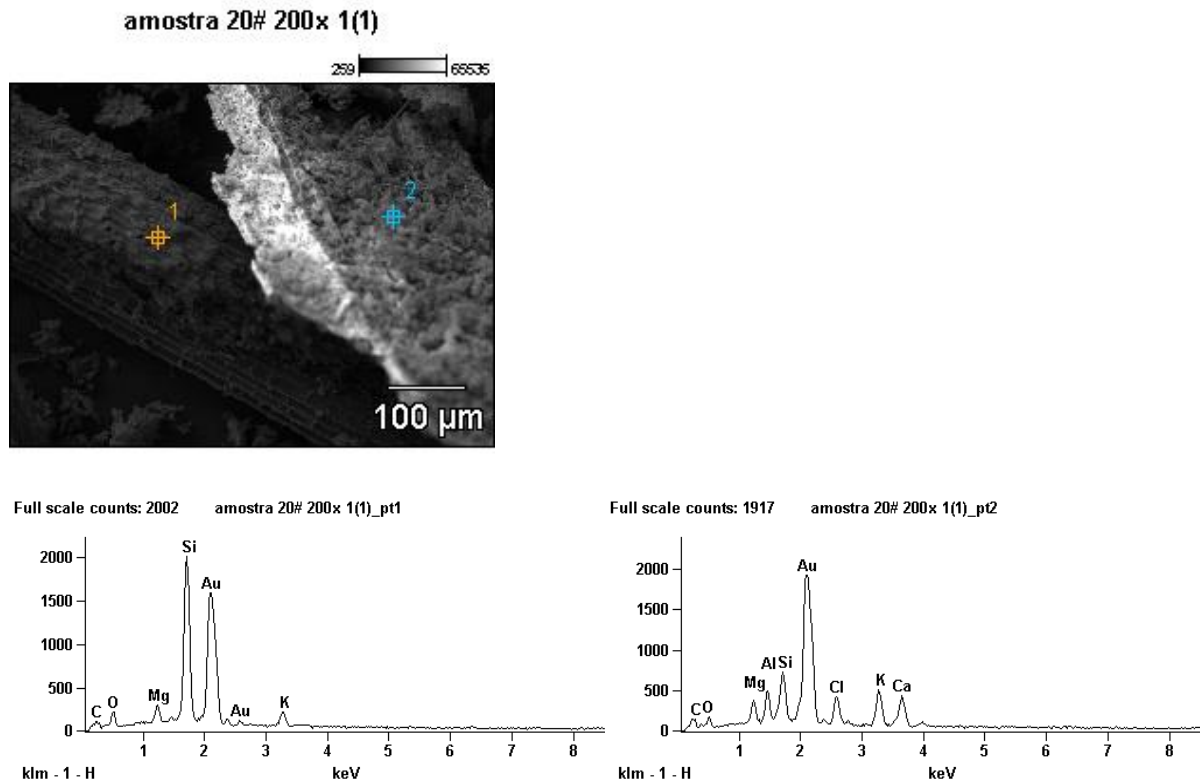
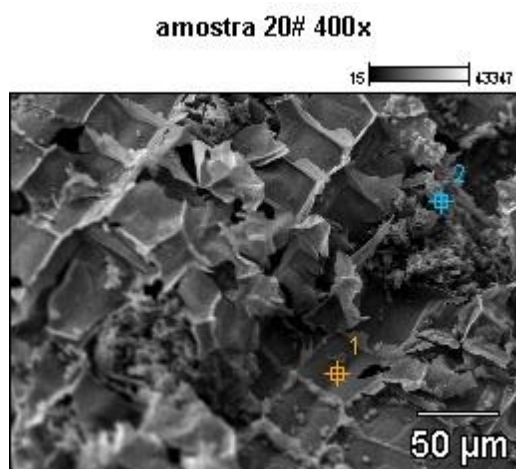


Figura 4.6: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

A figura 4.7 apresenta a imagem de uma partícula com identificação pontual por EDS em dois pontos. Na região 1, verificou-se uma predominância de silício e potássio enquanto que na região 2 identificou-se partículas aderidas com picos mais acentuados de silício, potássio e magnésio.



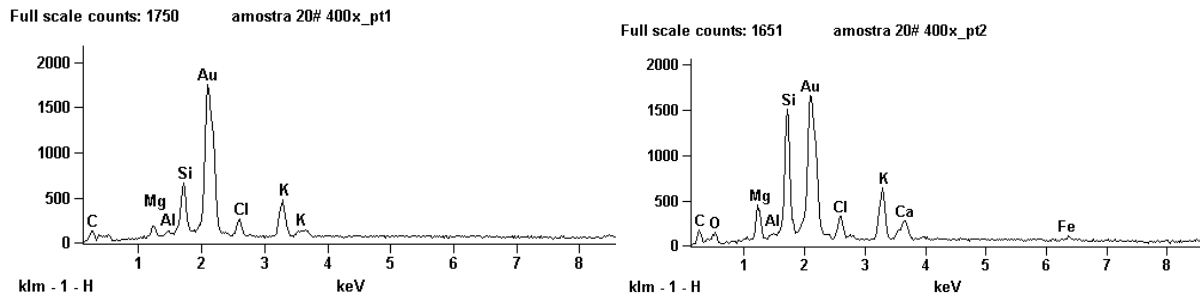


Figura 4.7: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

Na imagem 4.8 pode-se observar morfologia diferente da imagem 4.7, no entanto o mesmo padrão de composição mineralógica se repete demonstrado alta semelhança entre as partículas.

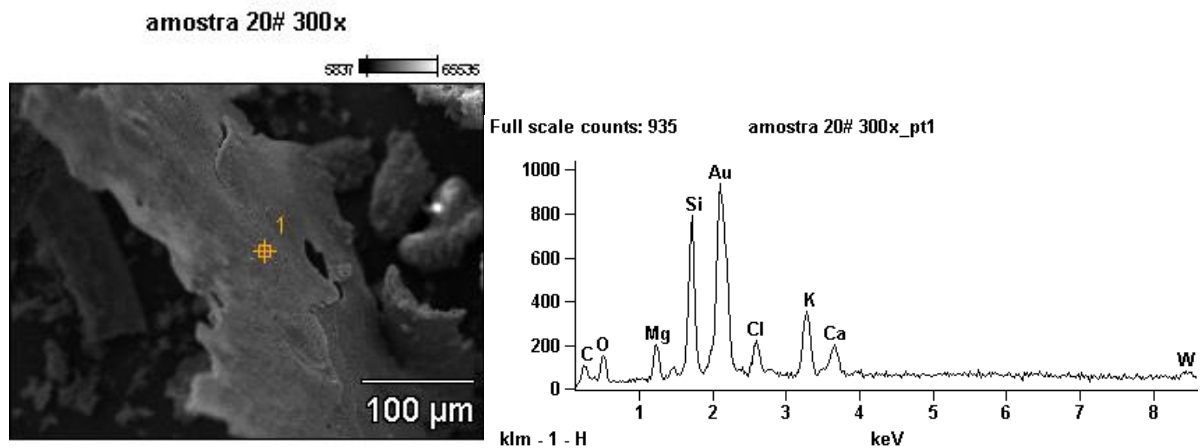


Figura 4.8: Micrografia de MEV da cinza de Capim-elefante com EDS pontual.

4.1.2 – Caracterização da Argila

4.1.2.1 – Caracterização mineralógica

Difratograma de raio-x da argila

Observa-se na figura 4.9 o difratograma de raio-x da argila amarela de Campos dos Goytacazes – RJ. Os picos predominantes no difratograma são correspondentes à Muscovita ($K_2O \cdot 3Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot 2H_2O$) e a Caulinita ($2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O$). Os demais picos são correspondentes ao quartzo (SiO_2), gibsita

($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), goetita ($\text{FeO}(\text{OH})$) e montmorilonita ($\text{Al}_{1,67} \cdot \text{Na}_{0,33} \cdot \text{Mg}_{0,33}$). Segundo Vieira e colaboradores (2008), a Mica Muscovita é um material de textura lamelar que pode ocasionar o aparecimento de defeitos na cerâmica. Desde que apresente tamanho de partícula reduzido, a mica muscovita pode atuar como fundente devido a sua composição rica em óxidos alcalinos. As argilas de Campos dos Goytacazes além de serem caracterizadas por seu comportamento refratário, possuem a Caulinita como o mineral predominante. A caulinita é o contribuinte para o desenvolvimento da plasticidade, já o quartzo é a principal impureza nas argilas e atua como matéria-prima não plástica e inerte durante a sinterização das peças cerâmicas, enquanto a gibsita contribui para o aumento de refratariedade das argilas e da perda de massa durante a queima. A montmorilonita é um argilomineral altamente plástico e que apresenta uma grande tendência de re-hidratação, o que pode acarretar problemas no processamento (Vieira e Monteiro, 2004).

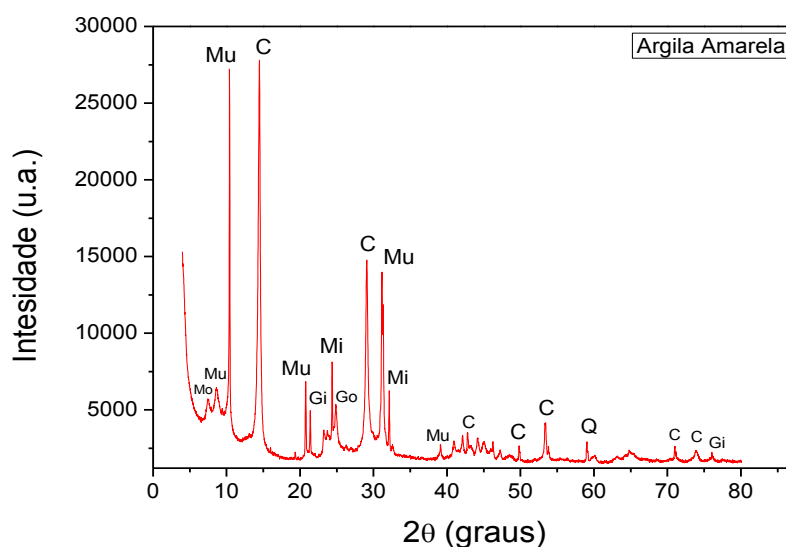


Figura 4.9: Difratograma de raios-X da argila. **C** = Caulinita; **Gi** = Gibsita; **Go** = Goetita, **Mi** = Microclina, **Mu** = Muscovita, **Mo** = Montmorilonita **Q** = Quartzo.

Análise termogravimétrica da argila

A figura 4.10 apresenta as curvas de ATD/TG/DTG da argila. Pode-se observar que por volta de 150°C houve, inicialmente, uma perda de massa de 3% seguida de mais uma perda de 3,3% por volta dos 300°C e uma final de 8,9%. Durante todo o processo totalizou-se uma perda de massa de 15,2%. Houve dois

picos endotérmicos. Um a 266,3°C devido à eliminação de água de umidade e outro a 489,3°C que possivelmente está associado à desidroxilação da caulinita. E a 954,4°C ocorre um pico exotérmico, que se deve segundo Santos (1989) à decomposição da metacaulinita e a conseqüente formação de novas fases. De acordo com Vieira e Monteiro, 2003 a elevada perda de massa é típica das argilas de Campos dos Goytacazes-RJ e constitui um dos principais fatores que conferem a cerâmica após queima, elevada porosidade.

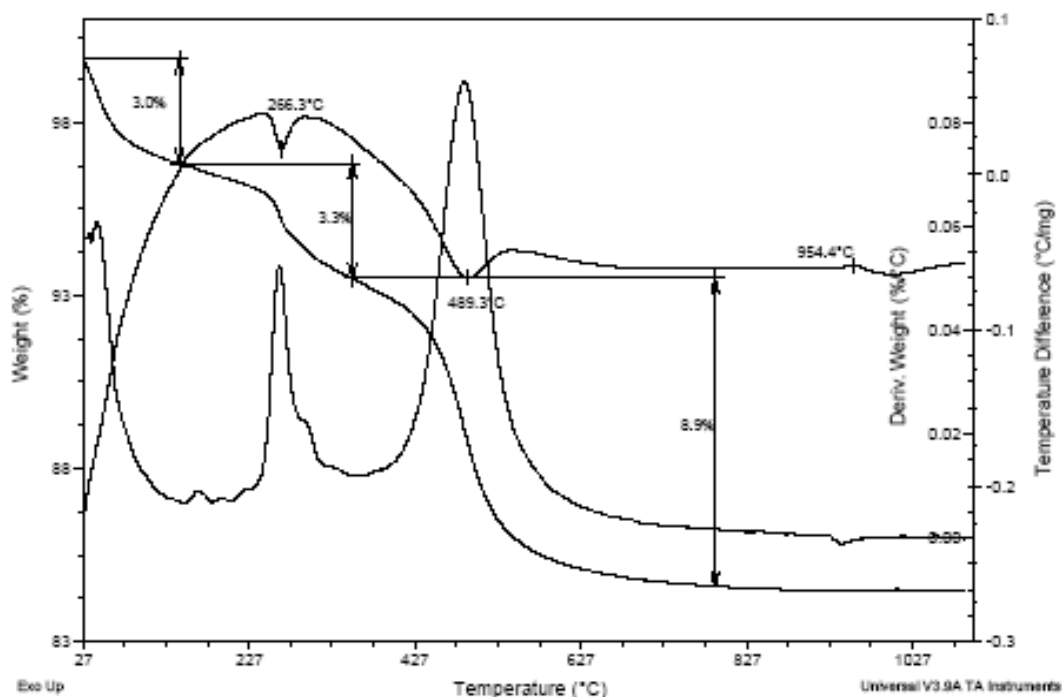


Figura 4.10: Curvas de ATD/TG/DTG da argila amarela de Campos dos Goytacazes – RJ.

4.1.2.2 – Caracterização química

Fluorescência de Raios-X da argila

É possível observar na Tabela 4.2 que a argila é predominantemente constituída de SiO_2 e Al_2O_3 , os quais estão em sua maior parte combinados formando os aluminossilicatos como a mica muscovita/ilita e a caulinita, por exemplo. O elevado teor de óxido de ferro confere uma coloração avermelhada ao produto após a queima. Nota-se também baixo percentual de óxidos alcalinos, característica típica de argilas caulíníticas. A perda ao fogo geralmente ocorre devido à oxidação de matéria orgânica, perda de água de constituição de argilominerais, decomposição de carbonatos e desidratação de hidróxidos. E a elevada perda ao fogo (PF), como ocorreu na argila estudada (15,2%) ocorre principalmente devido à perda de água de constituição da caulinita.

Tabela 4.2: Composição química da argila (peso %).

| | SiO_2 | CaO | Fe_2O_3 | TiO_2 | Al_2O_3 | MgO | K_2O | P_2O_5 | MnO | PF |
|--------|----------------|--------------|-------------------------|----------------|-------------------------|--------------|----------------------|------------------------|--------------|------|
| Argila | 43,59 | 0,15 | 10,38 | 1,55 | 25,64 | 0,66 | 1,63 | 0,25 | 0,11 | 15,2 |

4.1.2.3 – Caracterização física

Distribuição do tamanho de partículas da argila

Pode ser observado na figura 4.11 a curva de distribuição de tamanho de partículas da argila após destorroamento e peneiramento em malha de 14mesh (abertura de 1,2 mm). A fração correspondente a argila, partículas inferiores a $2\mu\text{m}$, foi de 53,8% em massa e a correspondente aos teores de silte, partículas de 2 a $20\mu\text{m}$, foi de 34,3% e da areia, partículas maiores que $20\mu\text{m}$, foi igual a 11,9%. O percentual correspondente a “fração argila” está intimamente relacionado à maior plasticidade da massa cerâmica em mistura com água, possibilitando uma maior consistência plástica que possibilita conformar as peças por extrusão. Segundo Santos (1989) e Abajo (2000), a relação de maior plasticidade quanto maior o percentual da “fração argila” se dá porque os argilominerais se associam aos intervalos de tamanho de partículas.

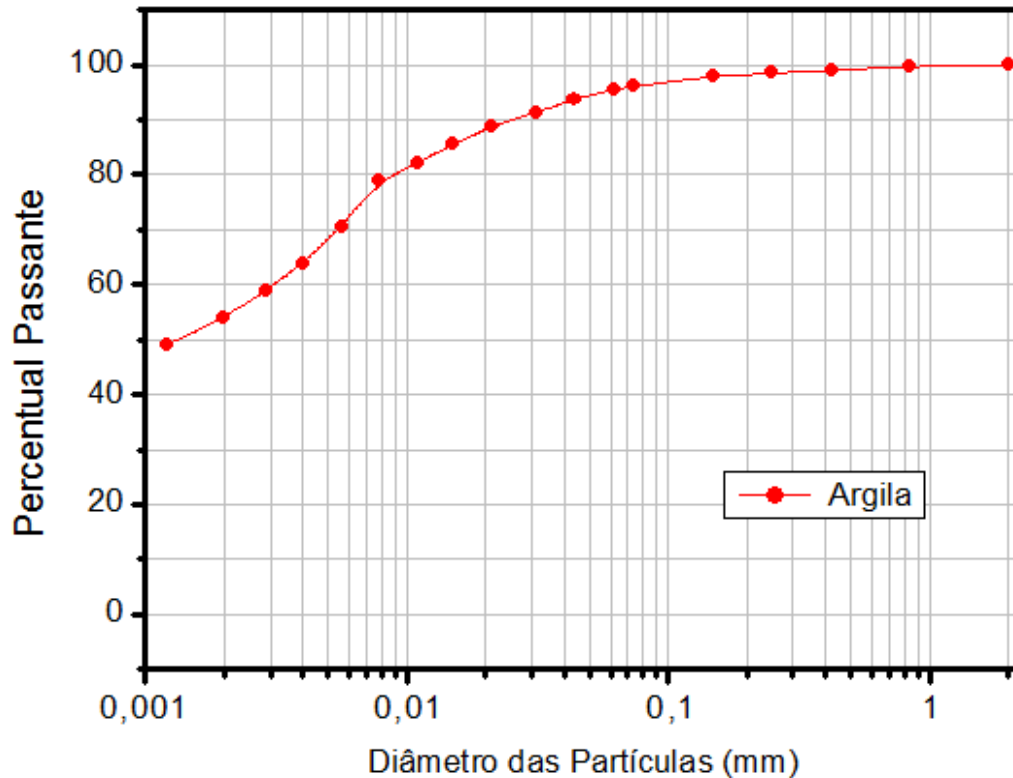


Figura 4.11: Curva de distribuição de tamanho das partículas da argila.

4.2 - Propriedades físicas e mecânicas

4.2.1 – Plasticidade

Observa-se na figura 4.12 um gráfico do prognóstico de extrusão das peças cerâmicas em função do teor de cinza por meio dos limites de Atterberg. O limite de plasticidade representa a quantidade de água mínima necessária para que a argila ou a mistura de argilas alcance a consistência necessária para que seja conformada no estado plástico. Dessa forma, o LP é um parâmetro de grande interesse tecnológico. A água adicionada à massa cerâmica atua no preenchimento dos poros (água intersticial) e também pode estar localizada entre as partículas

facilitando a conformação das peças (água lubrificante). Sua eliminação na etapa de secagem é responsável pela retração da peça.

Os números na figura 4.12 representam os percentuais de resíduos incorporados nas massas cerâmicas. Nota-se que a argila pura (0%) localiza-se fora da região de extrusão aceitável, ou seja, a argila do presente estudo possui elevada plasticidade. A argila com adição de 5, 10 e 20% de resíduo aumentou o LP e diminuiu o IP conferindo à massa maior plasticidade o que não é o desejável devido à argila já possuir elevada plasticidade além de ser necessário adicionar uma maior quantidade de água na etapa de conformação por extrusão e aumento na retração de secagem.

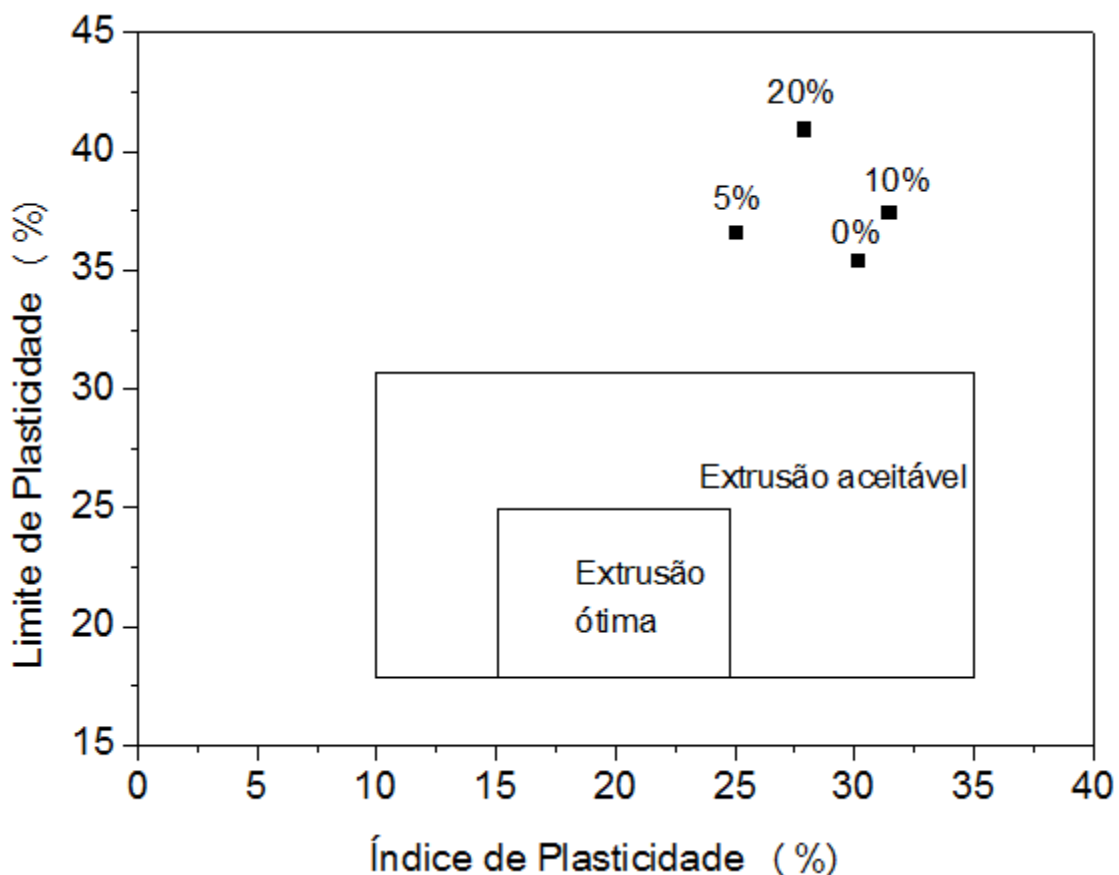


Figura 4.12: Prognóstico de extrusão por meio dos limites de Atterberg.

4.2.2 – Dilatometria

A figura 4.13 demonstra os corpos-de-prova antes e após o ensaio de dilatometria.

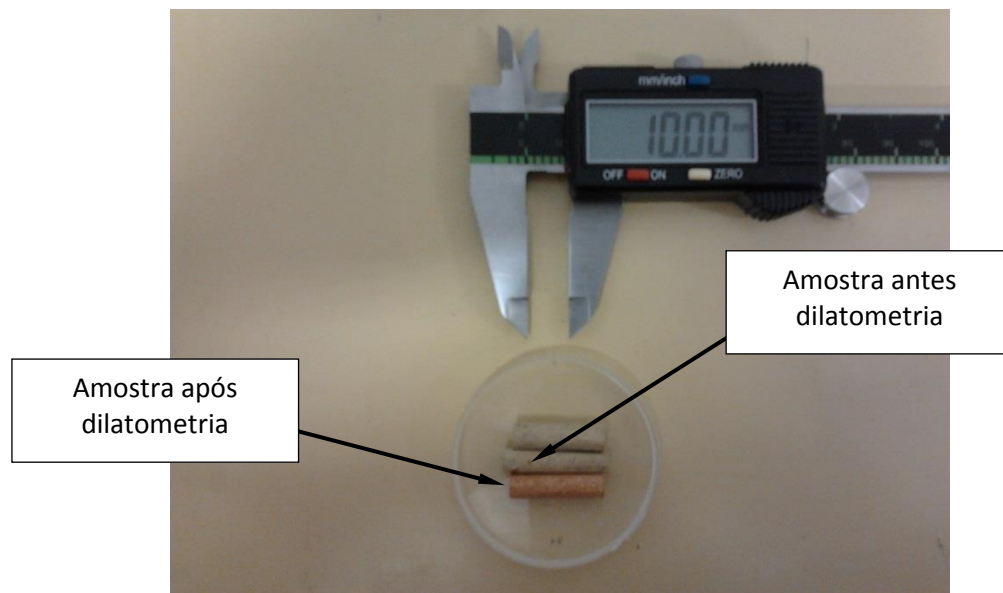


Figura 4.13: Aspecto da amostra antes e após o ensaio de dilatometria.

A figura 4.14 apresenta a evolução do coeficiente de dilatação da argila pura (0%) e das misturas com 10 e 20% de resíduo.

A expansão térmica de materiais é consequência da expansão de cada umas das fases presentes, da proporção entre elas e da microestrutura (porosidade, microtrincas...

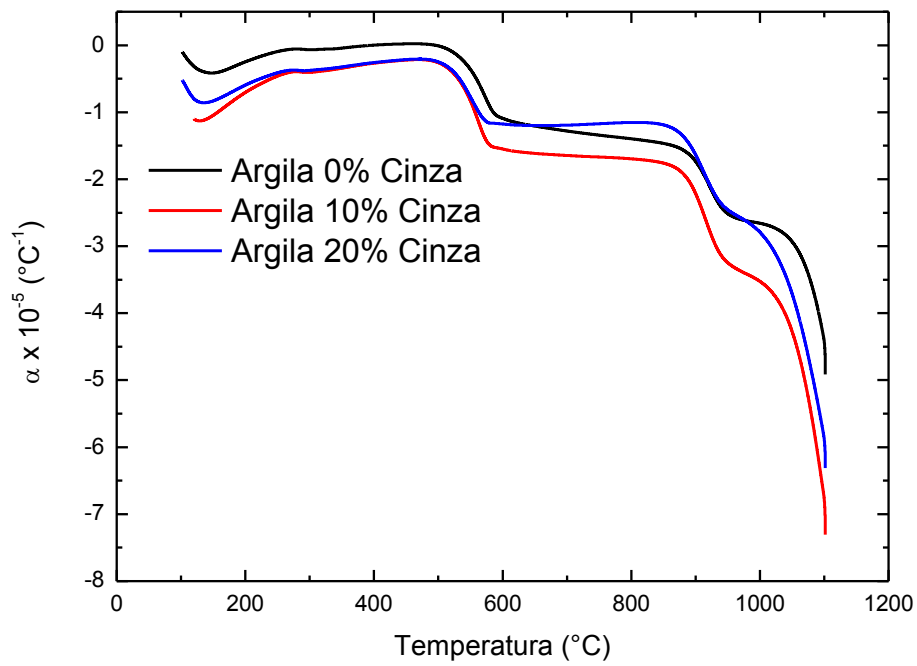


Figura 4.14: Evolução do coeficiente de dilatação das amostras.

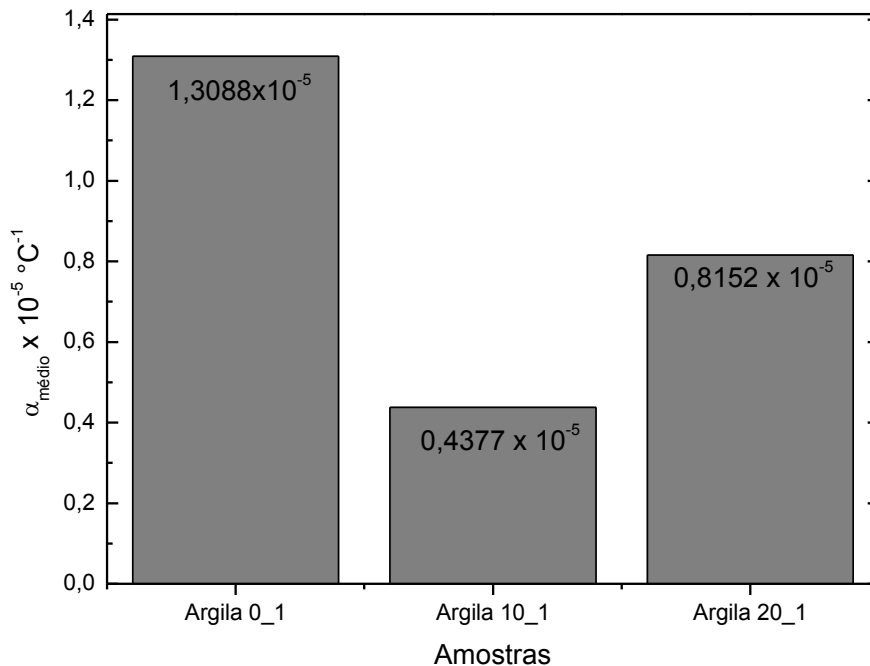


Figura 4.16: Coeficiente de dilatação médio.

4.2.3 – Densidade relativa a seco

A Figura 4.13 apresenta a densidade relativa a seco das composições estudadas. Como as matérias-primas possuem densidades reais diferentes (cinza: 2,41 e argila: 2,68), somente por meio da densidade relativa é possível verificar o efeito do resíduo no empacotamento da argila. Observa-se que a incorporação de cinza acarretou um aumento no grau de empacotamento a seco da argila. Isto deve ter ocorrido, sobretudo, devido à granulometria mais grosseira da cinza. Este resultado é benéfico já que aumenta a área de contato entre as partículas favorecendo a sinterização.

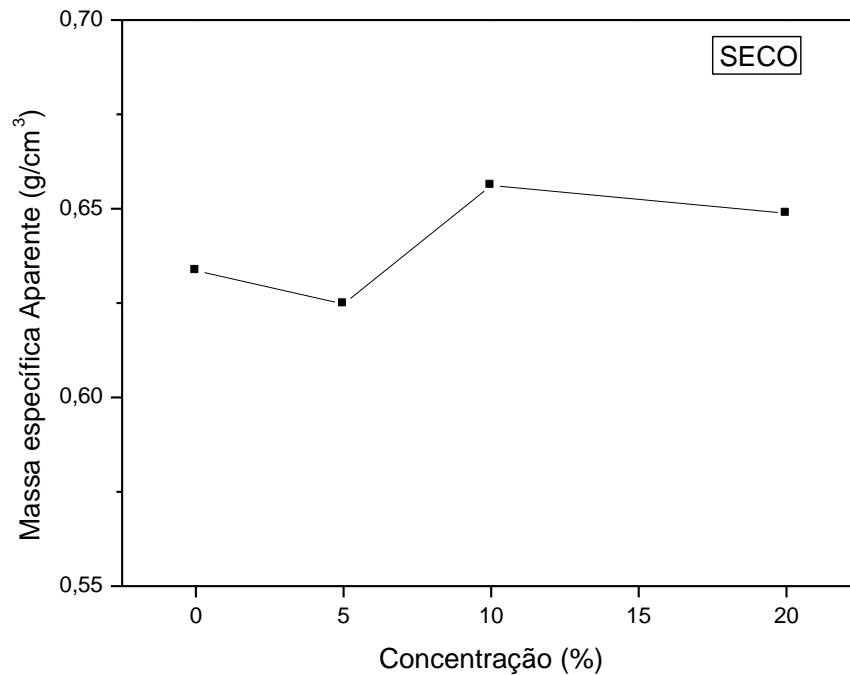


Figura 4.17: Densidade relativa a seco das composições.

4.2.4 – Absorção de água

Pode-se observar na figura 4.15 o padrão de Absorção de Água (AA) da cerâmica sinterizada. Verifica-se que na temperatura de 650°C a incorporação de cinza acarreta aumento da absorção de água da cerâmica argilosa pura. Já na temperatura intermediária de 850°C, os valores da absorção de água para todas as composições investigadas são muito similares. Comparativamente com a temperatura anterior, nota-se que praticamente não ocorreu variação desta propriedade. Na temperatura de 1050°C também não há diferenças significativas da absorção de água das composições. Entretanto, ocorreu uma queda brusca, atribuída à formação de fase líquida. Na figura abaixo há uma linha tracejada no patamar de absorção de água 20%, referente ao valor máximo admitido para telhas, conforme norma técnica da ABNT (2009). Nota-se que as composições só alcançam este patamar em temperatura ao redor de 1000°C. Este resultado indica um comportamento refratário das composições, típico de argilas cauliníticas. Além

disso, embora a cinza tenha um elevado teor de óxido fundente, K_2O , por meio da porosidade aberta pode-se aferir que não ocorreu alteração significativa na formação de fase líquida devido à cinza.

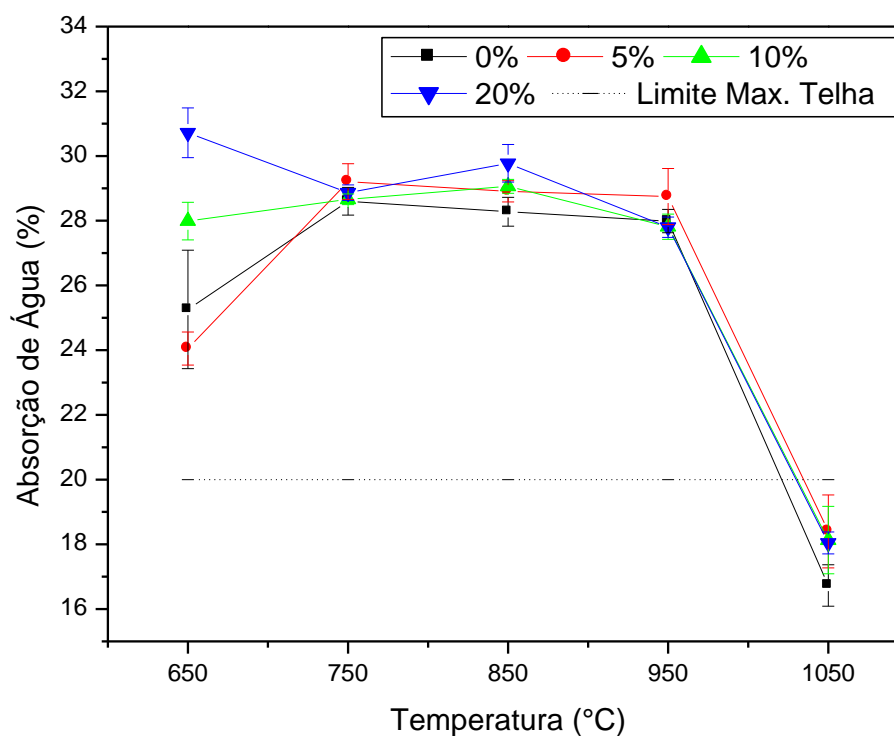


Figura 4.18: Absorção de Água dos corpos de prova de formulações 0%, 5%, 10% e 20% em função das temperaturas de queima: 650°C, 750°C, 850°C, 950°C e 1050°C.

4.2.5 – Retração Linear de Queima

A figura 4.16 apresenta a retração linear de queima (RLQ) das cerâmicas sinterizadas. Observa-se que em todas as temperaturas (650, 750, 850, 950 e 1050°C) os valores de retração linear para as quatro composições (0, 5, 10 e 20%) são similares, indicando pouca variação em função da incorporação de cinza à argila. No entanto, a composição com 20% sinterizadas nas cinco temperaturas foi a que teve a retração um pouco mais acentuada que as demais. Já com relação ao efeito da temperatura de queima, nota-se que entre a temperatura inicial de 650°C e

a intermediária de 850°C houve variação insignificante. Entretanto, na temperatura de 1050°C ocorreu um aumento bastante significativo da retração linear em todas as composições. Este comportamento também está associado à formação de fase líquida que promove a aproximação das partículas com conseqüente retração da peça. Eventuais defeitos dimensionais nas peças e variação da temperatura no interior do forno podem também ter contribuído para a elevada dispersão dos dados obtidos para peças sinterizadas a 750°C na composição de 10%.

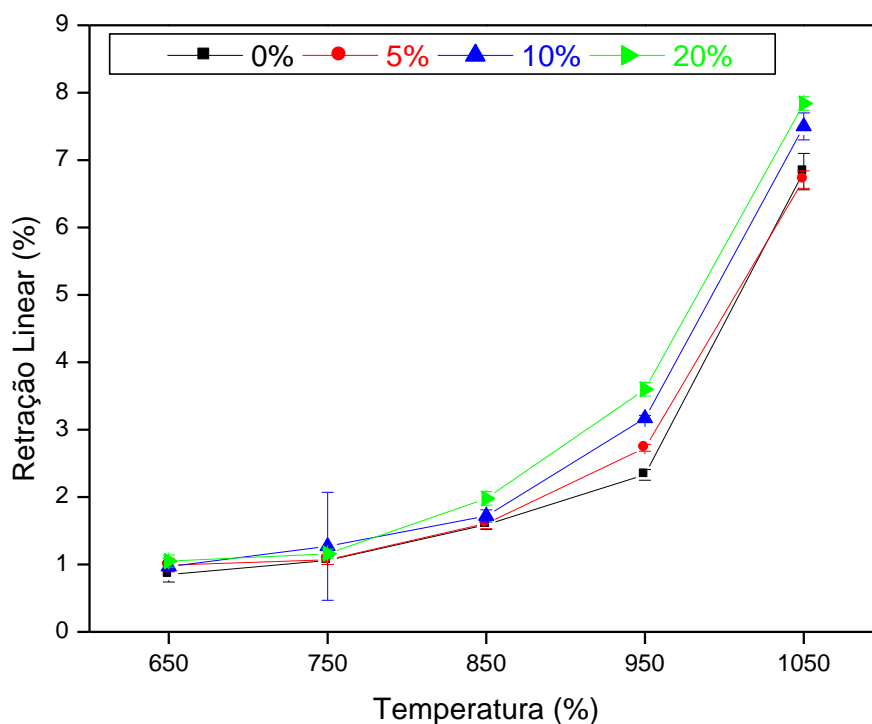


Figura 4.19: Retração linear dos corpos de prova de formulações 0%, 5%, 10% e 20% em função da temperatura.

20% queimados nas temperaturas de 650°C, 750°C, 850°C, 950°C e 1050°C.

4.2.6 - Tensão de ruptura à flexão

A Figura 4.18 apresenta a tensão de ruptura à flexão das composições em função da temperatura de queima. Verifica-se que na temperatura de 650°C praticamente não há diferenças entre os valores da resistência mecânica das composições. Já a 850°C, as composições com cinza (5, 10 e 20%) apresentaram um incremento da tensão de ruptura à flexão, enquanto a composição com argila pura (0%) apresentou uma pequena redução desta propriedade. Na temperatura de 1050°C nota-se um brusco aumento da resistência mecânica em todas as composições. Conforme já dito anteriormente, nesta temperatura há elevada formação de fase líquida, o que também contribuiu para a melhora da resistência mecânica das cerâmicas. Embora a composição com 10% de cinza tenha apresentado o valor de tensão de ruptura à flexão mais elevado, a diferença de valores entre as composições é pequena. Nesta figura 4.18 há uma linha tracejada no patamar de tensão de ruptura à flexão de 6,5 MPa, referente ao valor indicado para telhas (Santos, 1989). Nota-se que somente a composição com 10% de cinza alcançou este patamar e ainda na temperatura de 1050°C.

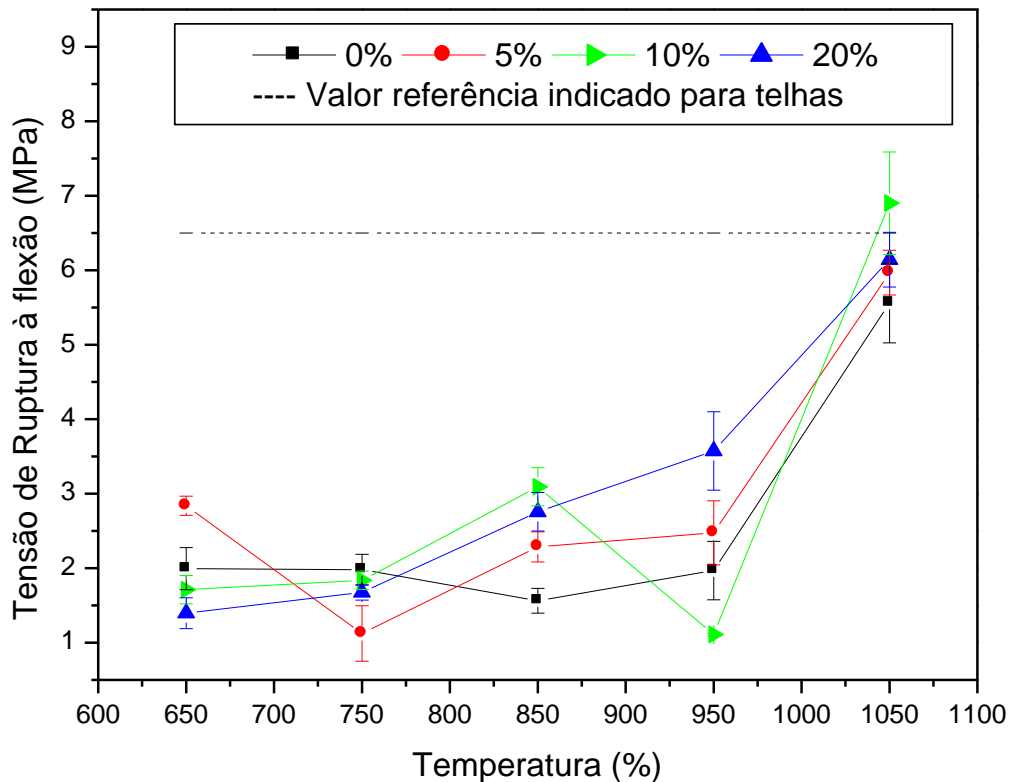


Figura 4.20: Tensão de ruptura à flexão das composições em função da temperatura de queima.

4.3 – Microestrutura das Cerâmicas Queimadas

A figura 4.19 exemplifica alguns corpos-de-prova após sinterização. A cor avermelhada da cerâmica é devido à presença dos compostos de ferro como visto na tabela de composição química da argila (tabela 4.2). Na seção 4.3.1.1 e na 4.3.1.2 serão apresentadas as microfotografias por Microscopia Ótica (MO) e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos corpos cerâmicos seccionados 2mm abaixo da superfície de fratura ocasionado pelo teste de resistência mecânica.



Figura 4.21: Imagem dos corpos de prova depois de sinterizados.

4.3.1 – Microscopia Ótica (MO)

Pode-se observar através das micrografias por MO na figura 4.20 (A, B e C) em aumento de 450x, a microestruturas das cerâmicas após serem sinterizadas a 650, 850 e 1050°C sem a adição de resíduo. Nota-se na imagem 4.20 A, peça sinterizada a 650°C, regiões com diferentes colorações indicadas pelas setas. As partículas mais avermelhadas dão-se pela desidratação de hidróxidos de ferro, hematita, presentes nas argilas de Campos dos Goytacazes (Vieira & Pinheiro, 2011). Já nas figuras 4.20 B e 4.20 C sinterizadas a 850 e 1050°C respectivamente pode ser observado partículas inertes como quartzo e a própria hematita. Essas partículas podem atuar como pontos de tensão ocasionando o aparecimento de trincas como o demonstrado pelas setas ao redor da imagem 4.20 C. Deve-se ressaltar que as trincas apareceram em temperaturas mais altas o que pode ser devido à diferença no coeficiente de dilatação térmica das fases presentes.

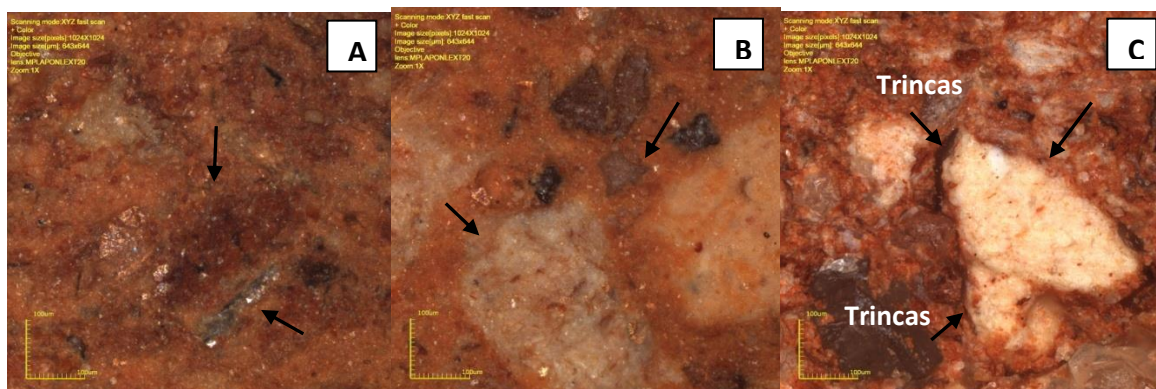


Figura 4.22: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 0% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050°C (430x) (C) respectivamente.

Na figura 4.21 (A, B e C) observa-se imagens dos corpos cerâmicos ampliadas 450x com incorporação de 10% de resíduos e sinterizados a 650 (A), 850 (B) e 1050°C (C) respectivamente. Nota-se alguns poros indicados pelas setas pretas e a presença de fases claras indicadas pelas setas brancas. Uma das principais diferenças que é observado entre as cerâmicas sem e com a adição de 10% de resíduo é o aparecimento de poros esféricos isolados em todas as temperaturas além de fases claras que possivelmente estão associadas a presença do cálcio como indicam os difratogramas de raio-x na seção 4.3.3.

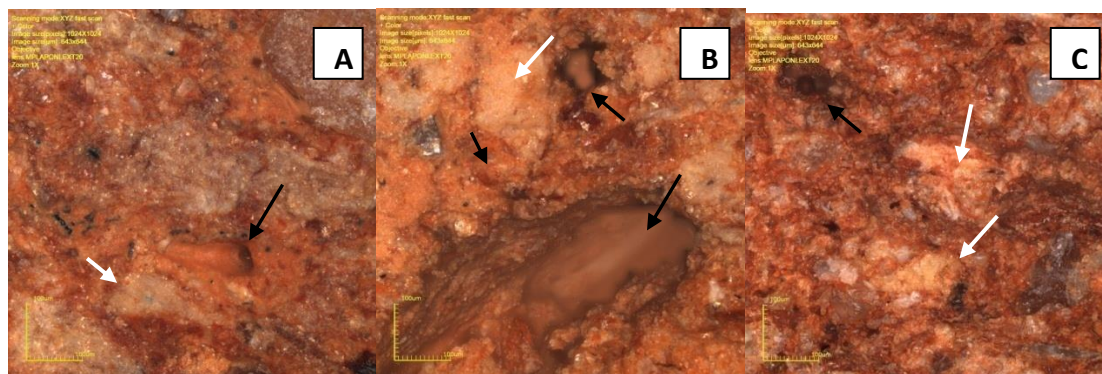


Figura 4.23: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 10% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050 (430x) (C).

Na figura 4.22 A e B observa-se imagens dos corpos cerâmicos ampliadas 450x e na figura 4.22 C imagem ampliada 216x com incorporação de 20% de resíduos e sinterizados a 650 (A), 850 (B) e 1050°C (C) respectivamente. As setas brancas indicam fases claras que possivelmente estão associadas ao cálcio como já indicado na figura 4.21 e setas escuras que indicam fases escuras e avermelhadas que possivelmente estão associadas a partículas de ferro da argila e do resíduo, além de partículas de quartzo. O mesmo padrão pode ser observado em outros trabalhos (Ribeiro, 2010; Dias, 2011) que também introduziram resíduos em cerâmica vermelha.

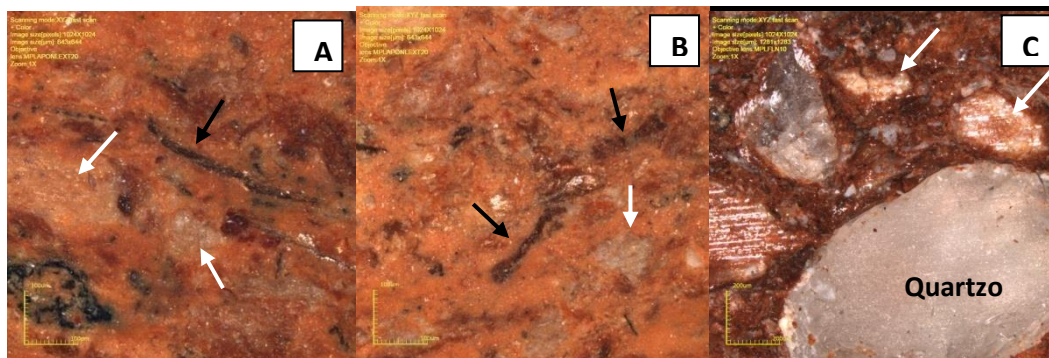


Figura 4.24: Microscopia Ótica Confocal das cerâmicas com 20% de resíduo sinterizadas a 650 (430x) (A), 850 (450x) (B) e 1050 (216x) (C).

4.3.2 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Na Figura 4.23 observa-se micrografias de MEV das cerâmicas com 0% de cinza queimadas a 650, 850 e 1050°C. Nas imagens, são observadas trincas, conforme indicadas por setas vermelhas, bem evidentes na cerâmica queimada a 650°C (A) e a 1050°C (C). Isto evidencia que a temperatura influencia de forma direta o aparecimento deste tipo de trincas devido aos diferentes coeficientes de dilatação térmica das fases presentes.

Nas cerâmicas com 10% de cinza, Figura 4.24, queimadas a 850 e 1050°C, Figuras B e C nota-se a presença de poros arredondados. Estas micrografias correspondem às cerâmicas com cinza incorporada. Os poros observados, indicados por setas, estão possivelmente associados à decomposição de fases como a calcita, devido à liberação de CO₂.

Nas composições com 20% de cinza queimadas a 650 (A), 850 (B) e 1050°C (C), Figura 4.25, nota-se que as regiões estão mais densificadas em comparação com a temperatura anterior. Entretanto, muitos defeitos ainda são observados, conforme indicação por setas. Estes defeitos tais como trincas e poros, são inerentes ao processamento cerâmico e típicos de cerâmicas mal consolidadas, como é o caso de argilas caulínicas de comportamento refratário.

Pode ser observado através do mapeamento pontual por EDS que há presença de regiões indicadas pelo asterisco na imagem 4.23 A e B constituídas de Ti, Fe, Al e Si. Provavelmente estão relacionados a aglomerados de

aluminossilicatos, principais constituintes das argilas, como já foi discutido anteriormente e a hematita proveniente da decomposição de hidróxidos de ferro.

Pode ser observado também, na figura 4.24 A regiões com altas concentrações de Ti e Fe e na figura 4.24 B regiões com altas concentrações de Ti, Fe, Al e Si. Nas regiões identificadas pelos asteriscos na figura 4.25 B e C, pode ser visto altas concentrações de Mg, Ca, K, Fe, Si e Al. Esses aglomerados provavelmente são provenientes do resíduo uma vez que essas peças foram a que receberam a maior concentração proposta de cinzas (20%).

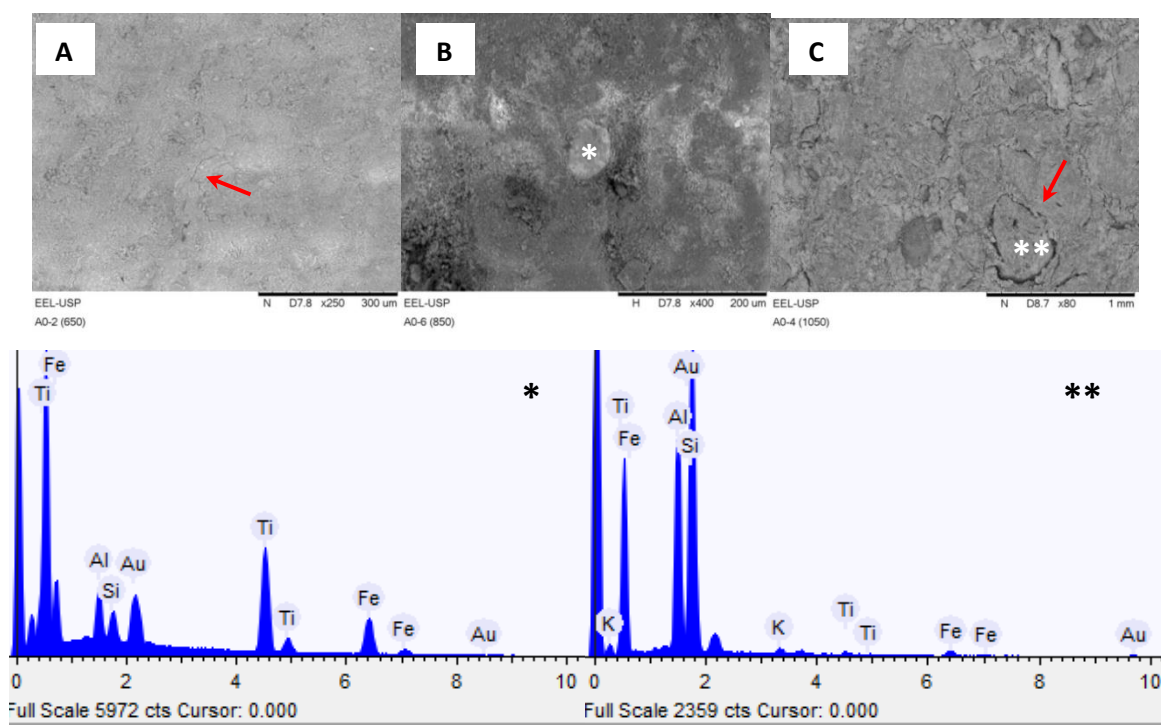


Figura 4.25: Micrografias da região de fratura da composição sem cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C(C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens B e C.

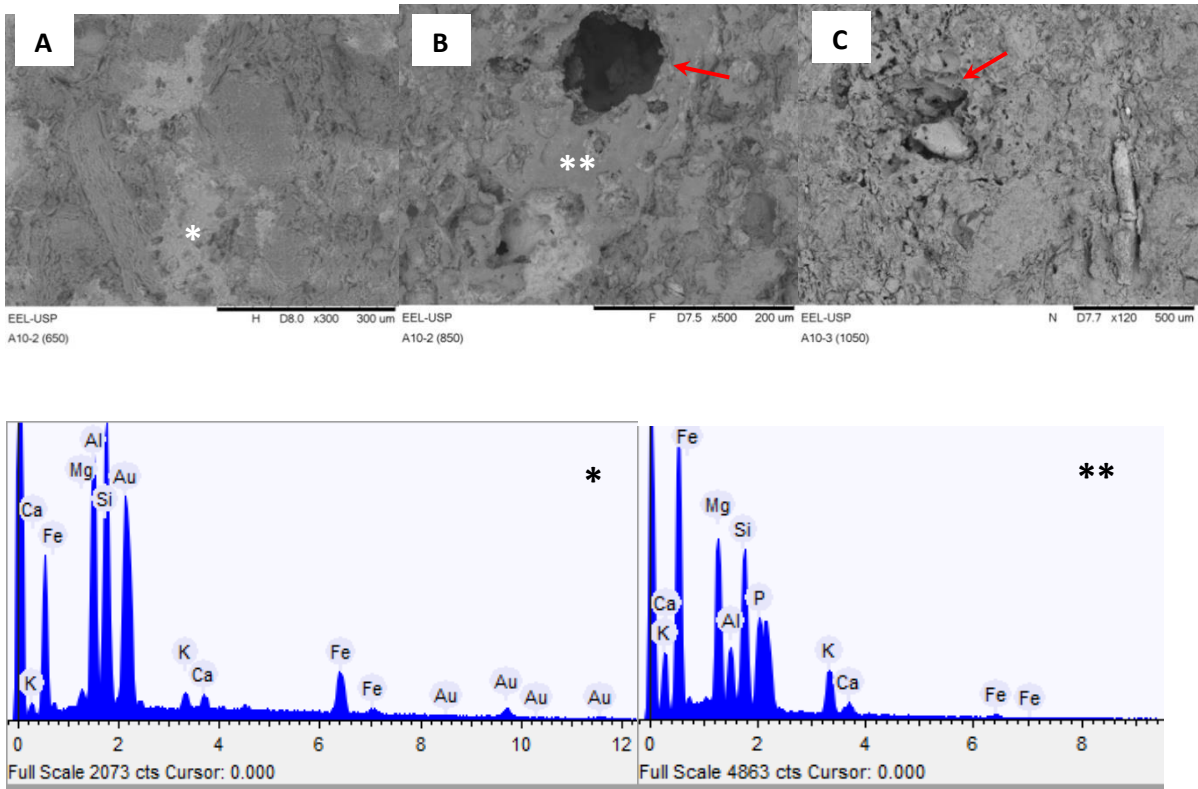


Figura 4.26: Micrografias da região de fratura da composição com 10% de cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C (C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens A e B.

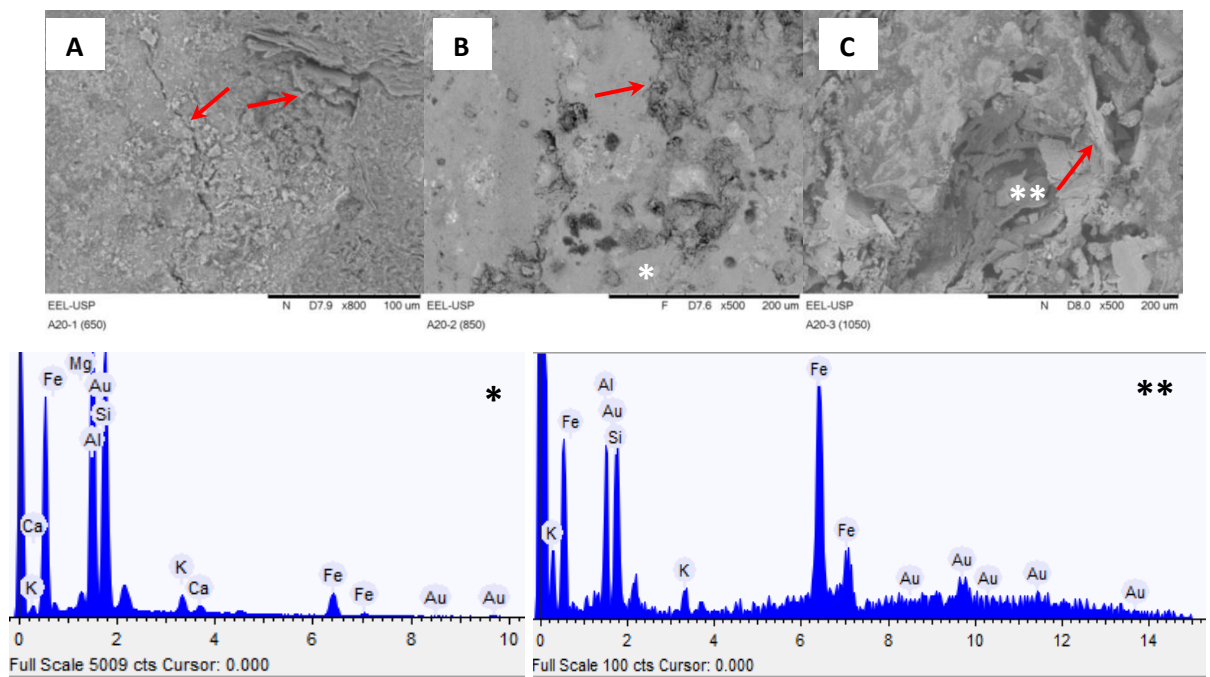
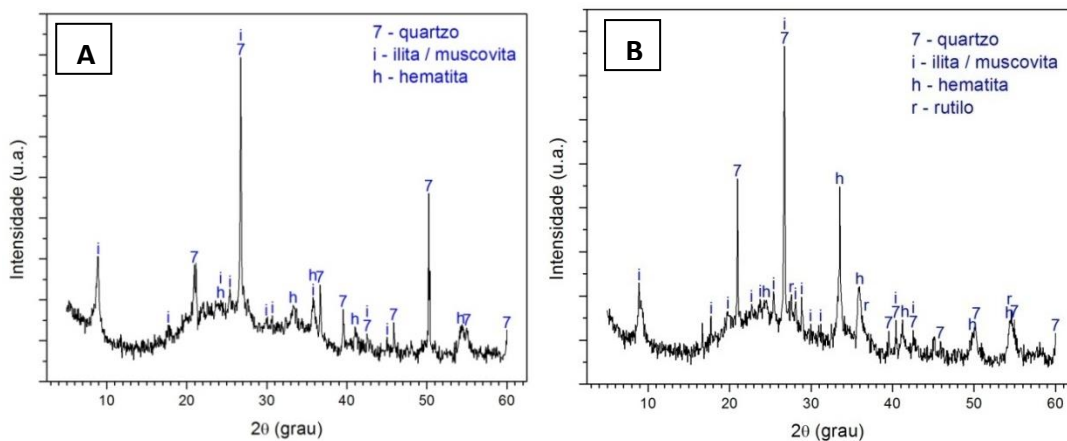


Figura 4.27: Micrografias da região de fratura da composição com 20% de cinza queimada a 650(A), 850(B) e 1050°C (C) e mapeamento pontual por EDS em regiões das imagens B e C.

4.3.3 – Caracterização Mineralógica

A Figura 4.26 apresenta os difratogramas de raio-X das cerâmicas queimadas sem cinza e com 20% de cinza. As fases cristalinas predominantes da cerâmica sem cinza queimada a 650°C (A) são a mica muscovita/Ilita, o quartzo e a hematita. A mica e o quartzo são fases provenientes da matéria-prima no seu estado natural (fases ditas residuais), enquanto, segundo alguns autores (Monteiro e Vieira, 2002), a hematita é proveniente da desidratação de hidróxidos de ferro presentes nas argilas de Campos dos Goytacazes – RJ. O mesmo padrão pode ser observado na cerâmica com 20% de cinza queimada a 650°C (D). Quanto às cerâmicas queimadas a 850°C, nota-se o aparecimento de novas fases, tanto para a cerâmica sem cinza com a presença de Rutilo, como para a cerâmica com 20% de cinza, (E), com o aparecimento de $KAlSiO_4$ e de cristobalita que é uma das formas polimórficas da sílica. O difratograma também demonstra o aparecimento de nova fase nas cerâmicas queimadas na temperatura máxima investigada, 1050°C, a mulita. Esta é proveniente da decomposição da metacaulinita que é uma fase amorfa formada a partir da eliminação da água de constituição da caulinita.



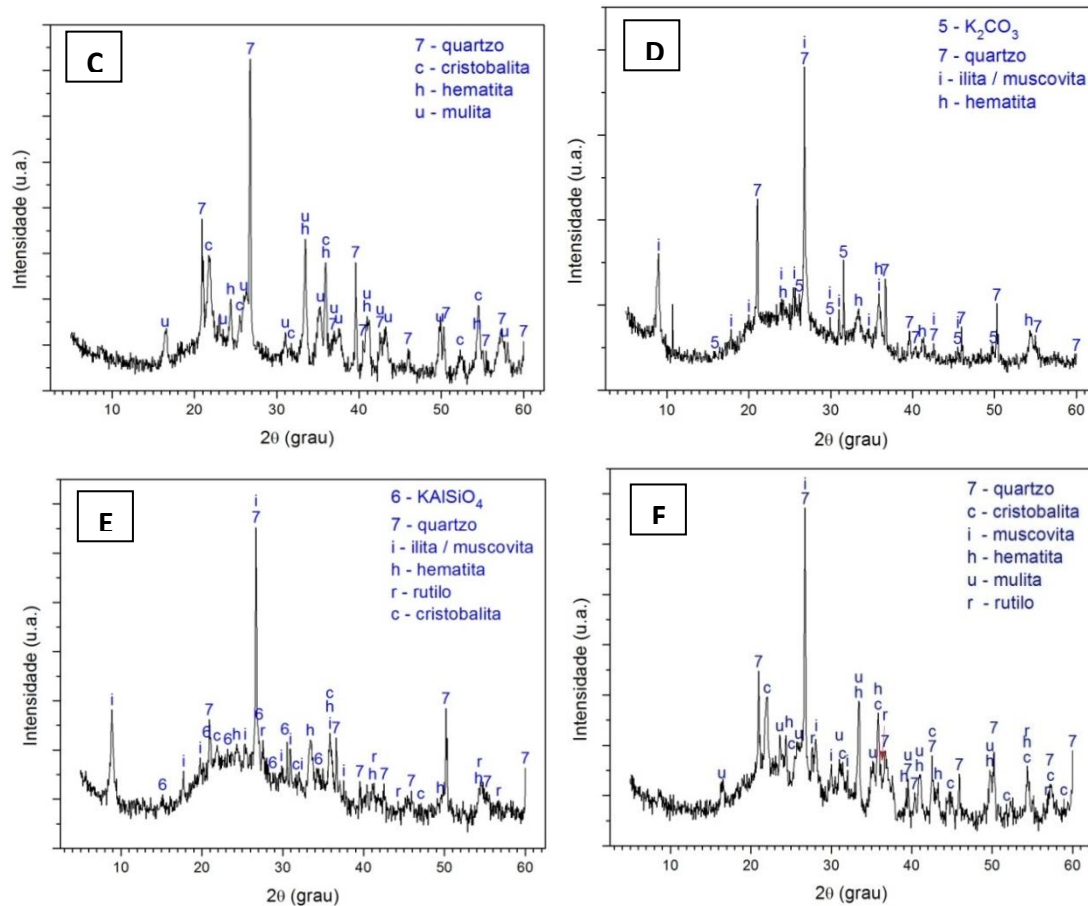


Figura 4.28: Difratoograma de raio-X das composições sem cinza e com 20% de cinza queimadas a 650, 850 e 1050°C. (A), (B) e (C) cerâmica sem cinza queimada a 650, 850 e 1050°C, respectivamente. (D), (E) e (F) cerâmica com 20% de cinza queimada a 650, 850 e 1050°C, respectivamente.

4.3.4 – Efluorescência

Falta pegar resultado do DRX

4.4 – Ensaios ambientais

As seções 4.4.1, 4.4.2 e 4.4.3 correspondem aos ensaios ambientais realizados com a cinza e os corpos cerâmicos com e sem adição de resíduo. Esses testes são de lixiviação, solubilização e emissão atmosférica.

4.4.1 – Ensaio de lixiviação

Na tabela 4.3 estão os resultados encontrados para o ensaio de lixiviação da cinza e da cerâmica pura e da cerâmica com adição máxima de cinza proposta pelo presente estudo (20%). Os elementos estudados foram os mesmo da composição química da cinza de Capim-elefante. Mediante isso, não foi encontrado na norma da ABNT NBR 10 006 (1987) os valores das concentrações máxima aceitável de todos os parâmetros. Quando observado os valores dos parâmetros da cinza e da mesma incorporada à cerâmica, observa-se que elementos como Na, k, Ca, Mg, P, Ti e Si são diluídos enquanto que concentrações de outros elementos (Cu, Mn, Fe, Zn, Al e S) aumentam. O acontecido deve-se ao fato dos elementos estarem presentes na composição da argila.

Tabela 4.3: Resultados dos ensaios de lixiviação da cinza e da cerâmica com adição de cinza.

| Parâmetros | Resultado Lixiviação (mg/L) | | VMP* (mg/L) |
|------------|-----------------------------|---------------------------------|----------------|
| | Cinza | Cerâmica com adição de cinza | |
| Sódio | 63,611 | 11,1215 | - |
| Potássio | 2168,6 | 39,08 | - |
| Cálcio | 287,7405 | 146,679 | - |
| Magnésio | 1113,89 | 102,411 | - |
| Cobre | 0,035 | 0,0615 | - |
| Manganês | 0,1775 | 0,52 | - |
| Ferro | 0,0025 | 0,0165 | - |
| Zinco | 0 | 2,136 | - |
| Alumínio | 0 | 8,479 | - |
| Fósforo | 70,685 | 4,309 | - |
| Titânio | 0,001 | 0 | - |
| Silício | 89,8205 | 67,0485 | - |
| Enxofre | 3,4635 | 2,8255 | - |

*VMP = Valor Máximo Permitido

4.4.2 – Ensaio de solubilização

Na tabela 4.3 estão os resultados encontrados para o ensaio de solubilização da cinza e da cerâmica pura e da cerâmica com adição máxima de cinza proposta pelo presente estudo (20%). Observa-se que o mesmo aconteceu com os valores

dos parâmetros da cinza e de sua incorporação na cerâmica. Elementos como Na, K, Mg, Cu, Mn, P, Si, e S tiveram suas concentrações suavizadas quando o resíduo foi adicionado à massa argilosa enquanto elementos como Ca e Mg aumentaram, porém todos se mantiveram dentro do VMP. Destaca-se ainda a concentração de Sódio da cinza que teve sua concentração acima do VMP. No entanto, isso pode ser resolvido, pois quando adicionado à massa argilosa sua concentração foi diluída.

Tabela 4.4: Resultados dos ensaios de solubilização da cinza e da cerâmica com adição de cinza.

| Parâmetros | Resultado Solubilização (mg/L) | | VMP* (mg/L) |
|------------|--------------------------------|------------------------------|--------------|
| | Cinza | Cerâmica com adição de cinza | |
| Sódio | 274,4315 | 14,014 | 200,0 |
| Potássio | 5351,1 | 8,219 | - |
| Cálcio | 54,6455 | 66,985 | - |
| Magnésio | 82,19 | 32,136 | - |
| Cobre | 0,047 | 0,019 | 2,0 |
| Manganês | 0,0035 | 0,004 | 0,1 |
| Ferro | 0,0015 | 0,003 | 0,3 |
| Zinco | 0 | 0 | 5,0 |
| Alumínio | 0 | 0 | 0,2 |
| Fósforo | 4,6715 | 0,659 | - |
| Titânio | 0 | 0 | - |
| Silício | 61,1015 | 6,263 | - |
| Enxofre | 3,41 | 2,508 | - |

*VMP = Valor Máximo Permitido

4.4.3 – Ensaio de emissão atmosfera

A seguir, nas figuras 4.27 e 4.28 pode-se visualizar, as emissões de CO e CO₂ das peças cerâmicas sinterizadas com argila pura (0%) e com adição de 10 e 20% de resíduo (cinza). Vale ressaltar que os valores encontrados estão fora do âmbito industrial, contudo retrata a dinâmica das emissões gasosas.

Nota-se que os maiores picos de emissão de CO (figura 4.28) foram entre as temperaturas de 300 e 500°C. Essas emissões são resultantes de combustão incompleta. Quando comparado com outros trabalhos também em cerâmicas

vermelhas (Dondi *et. al.* 2002; Vieira & Monteiro, 2009) pode-se observar que o padrão se repete. As cerâmicas com adição do resíduo resultou em maiores emissões de óxido de carbono para o meio ambiente. Isso pode ser devido à concentração de matéria orgânica presente na amostra que pode estar sendo oxidada.

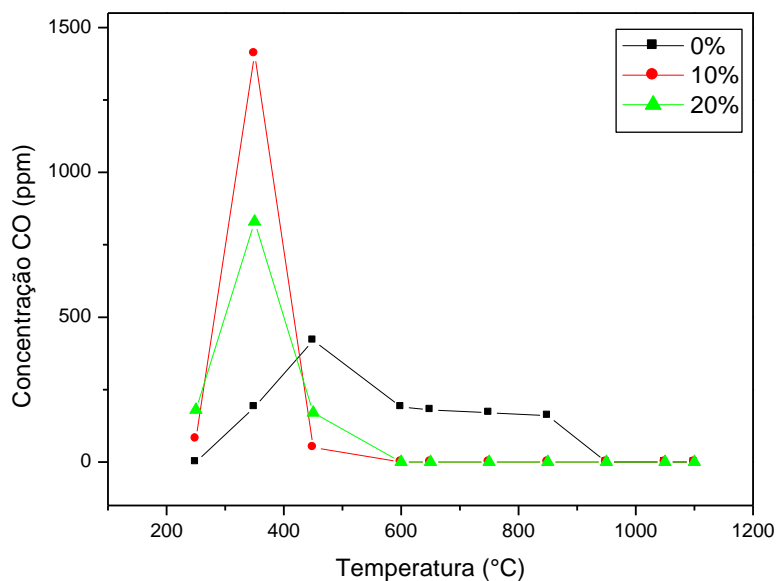


Figura 4.29: Liberação do gás CO em função da temperatura de queima.

Os maiores picos de liberação de CO₂ (figura 4.28) aconteceram nas massas argilosas com incorporação da cinza. A emissão de CO₂ assim como a de CO também ocorreu nas faixas de temperatura de 300 a 500°C com pico máximo em torno de 450°C. Geralmente, os compostos de carbono, CH₄ e CO₂ na faixa de temperatura 300 a 500 °C são liberados devido à decomposição da matéria orgânica contida no material, bem como os processos de desidroxilação, principalmente da caulinita (Vieira & Monteiro 2009; Faria *et. al.* 2011).

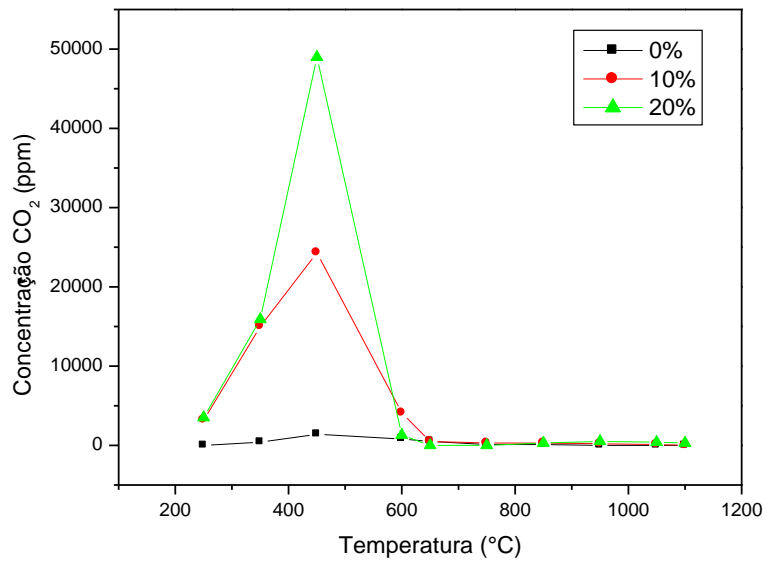


Figura 4.30: Liberação do gás CO₂ em função da temperatura de queima.

Capítulo 5 - CONCLUSÕES

CAPÍTULO 6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas (2004). Resíduos Sólidos: Classificação. NBR 10.004, 2ª Ed.

ABNT – Associação Brasileiro de Normas Técnicas. Componentes cerâmicos – Telhas - Terminologia, requisitos e métodos de ensaio. ABNT NBR 15310:2009.

AINETO, M.; ACOSTA A.; IGLESIAS, I. (2006). The role of a coal gasification fly ash as clay additive in building ceramic. Journal of the European Ceramic Society, v. 26, n. 16, pp. 3783-378.

ALMEIDA, S. C. A., CLUA, E. W. G. (2006). Perspectiva do uso da biomassa para a geração descentralizada de energia no Mercosul. Trabalho submetido ao Prêmio Mercosul de Ciência e tecnologia.

ANICER – Associação Nacional da Indústria Cerâmica. (2002). Manuais – Bloco. Rio de Janeiro, 2002.

ANICER – Associação Nacional da Indústria Cerâmica. Capim Elefante. http://www.anicer.com.br/index.asp?pg=institucional_direita.asp&secao=10&id=86&revista=2WA004509087EWRTXLZ873BDG28%3E. Acessado em: 20 de Janeiro de 2012.

ANICER – Associação Nacional da Indústria Cerâmica. Dados Oficiais. <http://www.anicer.com.br/index.asp?pg=institucional.asp&secao=3&categoria=60&selMenu=3>. Acessado em: 20 de janeiro de 2012.

ANICER. (2012). Capim Elefante: Uma alternativa de queima para quem pensa no futuro. Revista da Anicer. Disponível em: http://www.anicer.com.br/index.asp?pg=institucional_direita.asp&secao=10&id=86&revista=2WA004509087EWRTXLZ873BDG28>. Acesso em: 20 de Janeiro de 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. (1987). Lixiviação de Resíduos Sólidos, NBR 10005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. (1989). Solubilização de Resíduos Sólidos-Procedimentos, NBR 10006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. (2004). Classificação dos resíduos sólidos, NBR 10004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, C 373-72, USA, 1972.

ASTM -American Society for Testing and Materials.(1977). Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials, C 674-77.

ASTM -American Society for Testing and Materials.Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, C 373-72. 1972.

Barry, C. C.; Grant N. M. (2007).Ceramic Materials/Science and Engineering.Ed. Springer-Verlag. Nova Iorque. 716p.

BELLINGIERI, J. C. (2003). A indústria cerâmica em São Paulo e a 'invenção' do filtro de água: um estudo sobre a Cerâmica Lamparelli – Jaboticabal (1920-1947). V Congresso Brasileiro de História Econômica, 6ª Conferência Internacional de História de Empresas, Associação Brasileira de Pesquisadores em História Econômica – ABPHE, Caxambu.

BORGIO, S. C. (2005). Minimização e reciclagem de lodo galvânico e poeira de jateamento. Dissertação de mestrado. Universidade federal do Paraná.

BORLINI, M. C.; MENDONÇA, J. L. C. C.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2006). Influência da Temperatura de Sinterização nas Propriedades Físicas,

Mecânicas e Microestruturais de Cerâmica Vermelha Incorporada com Cinza de Bagaço de Cana de Açúcar. *Revista Matéria*, v. 11, n. 4, pp. 435 – 443.

BORLINI, M. C.; VIEIRA, C. M. F.; PINATTI, D.G.; CONTE, R.A.; MONTEIRO, S.N. (2006). Análise microestrutural de cerâmica vermelha incorporada com cinza de lenha de eucalipto”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

BRAGA, B.; HESPANHOL, I.; CONEJO, J. G. L.; MIERZWA, J. C.; BARROS, M. T. L.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S. (2005). *Introdução à Engenharia Ambiental*, 2. Edição, Prentice Hall, São Paulo. 336 p.

BRISTOTI, A. & SILVA, J. L. DOS S. (1993). Diagnóstico da utilização e da oferta da biomassa vegetal no Rio Grande do Sul. Núcle de Energia, PROMEC, UFRGS, Porto Alegre.

CALARGE, L.M., SILVA, N.I.W., CHIES, F., ZWOSNOK, O. (2000). Desenvolvimento de tijolos maciços a partir de cinzas pesadas e cal hidratada - Caracterização de cinza pesada. In: Frankenberg, C.L.C., Raya-Rodrigues, M.T., Cantelli, M. (Org). *Gerenciamento de Resíduos Sólidos e Certificação Ambiental*. Porto Alegre: EDIPUCRS, v. 1, p.130-139.

CALLISTER, W. D. J. (2008). *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 7ª Ed., Rio de Janeiro, LTC. 175p.

CARVALHO JR., J. A.; LACAVALA, P. T. Emissões em processos de combustão. São Paulo: editora UNESP, 2003.

CHENG, T.W.; CHEN, Y.S. (2004). Characterization of glass ceramics made from incinerator fly ash. *Ceramics International* 30 / 343–349.

CHIES, F.; SILVA, N.I.W.; ZWOSNOK, O. (2003). Desenvolvimento de blocos e tijolos a partir de cinzas de fundo de carvão - CIPECAL. In: Rocha, J.C. & John, U.M.

Utilização de Resíduos na Construção Habitacional. Porto Alegre: Coleção Habitar, v. 4, p. 218-239.

COELHO, A. C. V.; SANTOS, P. S. (2007). Argilas Especiais: o que são, caracterização e propriedades. Quim. Nova, Vol. 30, No. 1, 146-152.

COELHO, S. T. (1999). Mecanismo para implementação da co-geração de eletricidade a partir de Biomassa, um modelo para o estado de São Paulo. (Tese de Doutorado). Programa V inter-unidades de Pós-graduação em energia, universidade de São Paulo, São Paulo.

COSTA, F. B; SANTOS, G. T. A; SOUZA, A. E; ALVES, N. V. J; LIMA DE SÁ, A. W.; TEIXEIRA, S. R. (2006). Influência da incorporação de pó de vidro de vasilhame descartável nas propriedades físicas de massa cerâmica para produção de telhas romana. CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

DONDI, M., MARSIGLI, M., FABBRI, B. (1997a). Recycling of Industrial and Urban waster in Brink Production- A Review: Tile & Brink Int. Vol.13, nº 3, 218-225p.

DONDI, M., MARSIGLI, M., FABBRI, B. (1997b). Recycling of Industrial and Urban waster in Brink Production- A Review (Part 2): Tile & Brink Int. Vol.13, nº 4, 302 – 308p.

DONDI, M.; MARSIGLI, M.; FABBRI, B. (1997). “Recycling of industrial and urban wastes in brick production – A Review”, *Tile & Brick Int.*, 13 - 218-225.

DONDI, M.; ERCOLANI, G.; GUARINI, G.; RAIMONDO, M. (2002). “Orimulsion fly ash in clay bricks-part 1: composition and thermal behaviour of ash”, *Journal of the European Ceramic Society*, 22. 1729-1735.

DONDI, M., GUARINI, G., RAIMONDO, M., et al. (2002). “Orimulsion Fly ash in Clay Bricks—Part 3: Chemical Stability of ash-bearing Products”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 22, pp. 1749-1758.

ÉPOCA (2010). Revista eletrônica disponível em <http://epocanegocios.globo.com/Revista/Common/0,,EMI131148-16368,00-O+CAPIM+QUE+GERA+ENERGIA.html>. Acessado em: 08 de maio de 2012.

FARIA JR. R. T., SOUZA V. P., VIEIRA C. M. F., TOLEDO R., MONTEIRO S. N., HOLANDA J. N. F. AND VARGAS H. (2011). Characterization of Clay Ceramics Based on the Recycling of Industrial Residues – On the Use of Photothermal Techniques to Determine Ceramic Thermal Properties and Gas Emissions during the Clay Firing Process, *Advances in Ceramics - Characterization, Raw Materials, Processing, Properties, Degradation and Healing*, Prof. Costas Sikalidis (Ed.), ISBN: 978-953-307-504-4, InTech, DOI: 10.5772/21376.

FARIA, K. C. P. (2011). Avaliação da adição de resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar nas propriedades e microestruturas de cerâmica vermelha. Dissertação de mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense. 97p.

FREIRE, M.N; HOLANDA, J.N.F. (2006). “Aproveitamento de resíduo de casca de arroz em massa cerâmica para revestimento poroso”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Meio Ambiente, Blumenau, SC, Brasil.

Genova; L. A. (1993). Efeito de aditivos nas características microestruturais e ópticas da alumina. Dissertação de Mestrado. Instituto de Pesquisas Energéticas e nucleares. São Paulo.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE (2012). Contas Nacionais Trimestrais-Indicadores de Volume. Disponível em:http://www.ibge.gov.br/home/presidencia/noticias/noticia_visualiza.php?id_noticia=1830&id_pagina=1. Acessado em 28 de janeiro de 12.

KHANNA, S.K. & MALHOTRA, P. (1977). Kinetics and mechanism of phenol adsorption on fly ash. *Ind J Environ Health*, 19, p. 224-237.

KLASS, D. L. (1998). Biomass For renewable energy. *Fuels and chemicals*. San Diego: Academic Press, 651p.

KNISS, C.T; PRATES, P. B; MILANEZ, K. W; RIELLA,H.G; KUHNEN, N. C. (2006). Influência da adição de cinzas pesadas de carvão na resistência mecânica à flexão de revestimentos cerâmicos.”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Revestimento Cerâmico, Blumenau, SC, Brasil.

LEPSCH, I. (1977). Solos: Formação e Conservação. São Paulo: Edições Melhoramentos/EDUSP.

MARTINS, J.L. (2001). Aproveitamento de cinza de carvão mineral na agricultura. Porto Alegre, Tese de Doutorado, PPGEM/UFRGS.

MEDEIROS, E. N. M. (2011). Uso da técnica de planejamento experimental para otimização de massa cerâmica com a incorporação de resíduos de cinza de casca de arroz, cinza de lenha e lodo de ETA. Programa de Pós-Graduação em Estruturas e construção Civil, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília – UnB. Tese de Doutorado em estruturas e construção civil.

MONTEIRO, S. N., VIEIRA, C. M. F. (2002). “Characterization of Clays from Campos dos Goytacazes, North Rio de Janeiro State”, *Tile & Brick Int.*, v. 18, n. 3, pp. 152-157.

MORAIS, A.S.C. ; CALDAS, T.C.C. ; MONTEIRO, S.N. ; VIEIRA, C.M.F. (2010). Recycling of Fluorescent Lamp Glass into Clayey Ceramic. In: TMS 2011 - 140th Annual Meeting & Exhibition, 2011, San Diego. EPD Congress 2011, 2011. v. 1. p. 1053-1060.

MORGAN, D. (1993). Thermal analysis — including evolved gas analysis — of clay raw materials. *Applied Clay Science*. Volume 8, pag. 81-89.

MOTHÉ, C.G.; MOTHÉ FILHO, H. F.; NASCIMENTO, T.C.F. (2006) “ Compósitos Cerâmicos de Resíduos Sólidos da Indústria de Galvanização”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

MUNHOZ JR, A.H. (2006). Estudo da reciclagem de um resíduo sólido de uma indústria têxtil em cerâmica vermelha. CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Meio Ambiente, Blumenau, SC, Brasil.

PINATTI, D. G.; CONTE, R. A.; BORLINI, M. C.; SANTOS, B.C.; OLIVEIRA, I.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2006). Incorporation of the ash from cellulignin into vitrified ceramic tiles. *Journal of the European Ceramic Society*, 26 (3) - 305-310.

REIS, L. B. & SILVEIRA, S. (2000). Energia elétrica para o desenvolvimento sustentável: introdução de uma visão multidisciplinar. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 284p.

RUANGTAWEEPA, Y.; KAEWKHAOA, J.; KEDKAEWB, C.; LIMSUWANB, P. (2011). Investigation of Biomass Fly Ash in Thailand for Recycle to Glass Production. *Procedia Engineering* 8 / 58–61.

SAIDELLES, A. P. F.; Senna, A. J. T.; Kirchner, R.; Bitencourt, G. (2012). Gestão de resíduos sólidos na indústria de beneficiamento de arroz. *Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental REGET/UFSM* (e-ISSN: 2236-1170). v(5), n°5, p. 904 – 916

SALGADO, R. (2010). O capim que gera energia. Disponível em: <http://epocanegocios.globo.com/Revista/Common/0,,EMI131148-16368,00-O+CAPIM+QUE+GERA+ENERGIA.html>. Acessado em 07 de maio de 2012.

SANTOS Jr, E. L.; INTORNE, S.C.; DIAS, D. P.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2005). Incorporação de escória de Aciaria em cerâmica Vermelha, CD-ROM dos Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, São Pedro, SP, Brasil.

SANTOS, P. S. (1989). *Ciência e Tecnologia de Argilas*. vol. 1, Ed. São Paulo: Edgar Blucher, 408 p.

SEBRAE (2008). Cerâmica Vermelha: estudos de mercado. [http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/947CE75D32DE1BCB832574C1004E1EC5/\\$File/NT00038DA6.pdf](http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/947CE75D32DE1BCB832574C1004E1EC5/$File/NT00038DA6.pdf) . Acessado em 20 de janeiro de 2012.

SEBRAE/MG. (2005). Setores estratégicos 2005-2007 – Perfil do setor de Cerâmica. Belo Horizonte.

SEYE, O. Queima Direta de Gramínea Projeto Integrado de Biomassa – PIB. (2003). In: ENCONTRO DE ENERGIA NO MEIO RURAL, Campinas.

SILVA, S. A.; SOUZA, A. G.; CONCEIÇÃO, M. M.; ALENCAR, A. L. S. PRASAD, S.; CAVALHEIRO, J. M. O. (2001). Estudo Termogravimétrico e Calorimétrico da Algaroba. Química Nova. Vol.24, nº4, 460-464.

SILVA, A. V. (2009). Análise do processo produtivo dos tijolos cerâmicos no estado do ceará – da extração da matéria-prima à fabricação. Monografia. Universidade Federal do Ceará.

SOARES, J.M.D.; QUINTANA, L.M.H; GONÇALVES, M.M.; GIACOMINI, G. (2006). Aproveitamento de resíduo de areia de fundição em massa cerâmica”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

SOARES, J.M.D.; QUINTANA, L.M.H; PINHEIRO, R.J.B.; PRASS, L.S.; LUKASHIK, V.D. CARMO,P.I.O. (2006). Adição de resíduo de minério de ferro em massa cerâmica. CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

SOARES, J.M.D., QUINTANA, L.M.H., RAMPAZZO, M. (2000). “Avaliação de Blocos Cerâmicos com adição de Cinza de Casca de Arroz”, In: Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, pp. 15501, São Pedro, SP.

SOUZA, A. E.; SANTOS, G. T. A.; COSTA, F. B.; ALVES, N. V. J.; LIMA DE SÁ, A. W.; TEIXEIRA, S. R. (2006). “Avaliação do aproveitamento de cinza de bagaço de

cana como componente de massa cerâmica para produção de telhas”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Meio Ambiente, Blumenau, SC, Brasil.

SOUZA, V. P.; TOLEDO, R.; HOLANDA, J. N. F. ; VARGAS, H.; FARIA JR, R. T. (2008). Análise dos gases poluentes liberados durante a queima de cerâmica vermelha incorporada com lodo de estação de tratamento de água. *Cerâmica* 54, 351-355.

SOUZA, A. E.; TEIXEIRA, S.R.; SANTOS, G. T. A.; COSTA, F. B.; LONGO, E. (2011). Reuse of Sugarcane Bagasse Ash (SCBA) to produce ceramic materials. *Journal of Environmental Management* 92 - 2774 e 2780.

TEIXEIRA, S. R.; SOUZA, A. E.; SANTOS, G. T. A. (2008). Sugarcane Bagasse Ash as a Potential Quartz Replacement in Red Ceramic. Pena, A. F. V. *Journal of the American Ceramic Society*. 91 [6] 1883–1887.

TEIXEIRA, S. R.; SOUZA, S. A.; SOUZA, N. R.; ALÉSSIO, P.; SANTOS, G. T. A. (2006). Efeito da adição de lodo de estação de tratamento de água (ETA) nas propriedades de material cerâmico estrutural. *Cerâmica* 52 - 215-220.

UENO, O k.; Leite, V.M.B.; (2006) “Estudo de viabilidade técnica de incorporação do iodo proveniente do processo de tratamento de água para abastecimento na confecção de produtos de cerâmica vermelha”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

VARGAS, A. (2010). A força do capitalismo. Disponível em: <http://planetasustentavel.abril.com.br/noticia/desenvolvimento/bahia-capim-elefante-eletricidade-usina-capitalismo-veja-586948.shtml>. Acessado em: 07 de maio de 2012.

VIANNA JÚNIOR, A.; VIEIRA, L. S. R.; NASCIMENTO, M. V. G. (2000). Manual de Aplicação de Sistemas Descentralizados de geração de Energia Elétrica para Projetos de Eletrificação Rural – Energia Biomassa – versão 1. Rio de Janeiro:

CEPEL/Centro de Pesquisas de Energia Elétrica 9Relatório Técnico ADG/PER – 789/00), p.

VIEIRA, C. M. F. & MONTEIRO, S. N. (2004). Solid state sintering of red ceramics at lower temperatures. *Ceramics Internacional*. V. 30, p. 381-387.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2006). Cerâmica Argilosa Incorporada com Resíduo Oleoso Proveniente do Setor Petrolífero. *Revista Matéria*, v. 11, n. 3, pp. 217 – 222. <http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10804>.

VIEIRA, C. M. F. ; BORLINI, M. C. ; MONTEIRO, S.N. (2007) . Characterization of Clayey Ceramic Incorporated with Eucalyptus Firewood Ash. In: TMS 2007 - 136th Annual Meeting & Exhibition, Orlando. In: TMS 2007 - 136th Annual Meeting & Exhibition. Warrendale, PA : THE MINERALS, METALS & MATERIALS SOCIETY. v. 1. p. 180-180.

VIEIRA, C. M. F.; SOARES, J. B.; MONTEIRO, S. N. (2008). Desenvolvimento de massas de revestimento cerâmico com argila caulínica e nefelina sienito. *Cerâmica* 54. 184-192.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S.N. (2009). Incorporation of solid wastes in red ceramics – an updated review. *Revista Matéria*, v. 14, n. 3, pp. 881 – 905.

VIEIRA, C. M. F.; PINHEIRO, R. M. (2011). Avaliação de argilas caulínicas de Campos dos Goytacazes utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha. *Cerâmica* 57, 319-323.

VILCHES, L.F. (2002). Development of new fire-proof products made from coal fly ash: the Cefyr Project. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, v. 77, p. 361-366.

XAVIER, G. C.; SABOYA, F.; MAIA, P.; ALEXANDRE J. (2006). “Estudo da Alteração de Peças Cerâmicas Incorporadas com Resíduos de Granito através do

Ensaio de Ciclos de Umidade”, CD-ROM dos Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – Cerâmica Vermelha, Blumenau, SC, Brasil.

ZIMMER, A. & BERGMANN, C.P. (2007). “Fly ash of mineral coal as ceramic tiles raw material”, *Waste Management*, v. 27, n.1, pp. 59-68.

ANEXOS

DRX Cinza de Capim-elefante

| 5-586 | | | | Quality:star | | | | Wavelength 1.540598 | | | | | |
|--|--|--|--|--------------|-----|---|---|---------------------|----------|-----|---|---|----|
| Calcium Carbonate | | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Calcite, syn | | | | 23.022 | 12 | 0 | 1 | 2 | 86.483 | 1 | 1 | 2 | 11 |
| Subfiles: I M NBS CP FOR EDU CEM SCM | | | | 29.406 | 100 | 1 | 0 | 4 | 93.072 | 1 | 2 | 0 | 14 |
| CaCO ₃ | | | | 31.418 | 3 | 0 | 0 | 6 | 94.701 | 3 | 4 | 0 | 4 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.5405 Filter:beta d-sp: | | | | 35.966 | 14 | 1 | 1 | 0 | 95.011 | 4 | 3 | 1 | 8 |
| Cut: | | | | 39.402 | 18 | 1 | 1 | 3 | 96.165 | 2 | 1 | 0 | 16 |
| Ref: Swanson, Fuyat., NBSCAA Vol. II, (1953) p. 51 | | | | 43.146 | 18 | 2 | 0 | 2 | 97.647 | 1 | 2 | 1 | 13 |
| | | | | 47.124 | 5 | 0 | 2 | 4 | 99.161 | 2 | 3 | 0 | 12 |
| | | | | 47.490 | 17 | 0 | 1 | 8 | 102.242 | 1 | 3 | 2 | 1 |
| Sys:Rhombohedral S.G.:R-3c | | | | 48.513 | 17 | 1 | 1 | 6 | 102.952 | 1 | 2 | 3 | 2 |
| a:4.989 b: c:17.062 A: C: | | | | 56.555 | 4 | 2 | 1 | 1 | 103.899 | 1 | 1 | 3 | 10 |
| α: β: γ: Z: 6 mp: | | | | 57.402 | 8 | 1 | 2 | 2 | 104.124 | 3 | 1 | 2 | 14 |
| Dx: 2.711 Dm 2.710 SS/FOM: | | | | 58.075 | 2 | 1 | 0 | 10 | 105.846 | 2 | 3 | 2 | 4 |
| | | | | 60.678 | 5 | 2 | 1 | 4 | 106.145 | 4 | 0 | 4 | 8 |
| Structur:hR 10.00: | | | | 60.987 | 4 | 2 | 0 | 8 | 107.333 | 1 | 0 | 2 | 16 |
| Color: Colorless | | | | 61.345 | 3 | 1 | 1 | 9 | 109.561 | 2 | 4 | 1 | 0 |
| Comment: A=1.487, B=1.659, Sign=- Sample from | | | | 63.060 | 2 | 1 | 2 | 5 | 110.483 | 2 | 2 | 2 | 12 |
| Mallinckrodt Chemical Works. Spectroscopic | | | | 64.678 | 5 | 3 | 0 | 0 | | | | | |
| analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al, B, | | | | 65.599 | 3 | 0 | 0 | 12 | | | | | |
| Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.0001% Ag, Cr, Fe, | | | | 69.231 | 1 | 2 | 1 | 7 | | | | | |
| Li, Mn. Pattern taken at 26 C. Other form: | | | | 70.238 | 2 | 0 | 2 | 10 | | | | | |
| aragonite. Pattern reviewed by Parks, J., | | | | 72.870 | 2 | 1 | 2 | 8 | | | | | |
| McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, | | | | 73.729 | 1 | 3 | 0 | 6 | | | | | |
| ND, USA, \ITICDD Grant-in-Aid\RG (1992). | | | | 76.300 | 1 | 2 | 2 | 0 | | | | | |
| Agrees well with experimental and calculated | | | | 77.177 | 2 | 1 | 1 | 12 | | | | | |
| patterns. Additional weak reflections [indicated | | | | 80.933 | 1 | 3 | 1 | 2 | | | | | |
| by brackets] were observed. See ICSD 16710, | | | | 81.547 | 3 | 2 | 1 | 10 | | | | | |
| 20179, 28827, 18164, 18165 and 18166 (PDF | | | | 82.113 | 1 | 0 | 1 | 14 | | | | | |
| 72-1214 and 72-1937). | | | | 83.767 | 3 | 1 | 3 | 4 | | | | | |
| Mwt: 100.09, Volume[CD]: 367.78 | | | | 84.788 | 1 | 2 | 2 | 6 | | | | | |

| 24-223 | | | | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | |
|--|---------|---------|------|--------------|---------------------|-----|---|---|---|--|--|--|--|
| Calcium Chloride | | | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | | | | |
| Hydrophilite [NR] | | | | | 19.801 | 85 | 1 | 1 | 0 | | | | |
| Subfiles: I M NBS CP FOR EDU | | | | | 25.689 | 17 | 1 | 0 | 1 | | | | |
| CaCl ₂ | | | | | 29.258 | 100 | 1 | 1 | 1 | | | | |
| Rad:CuKa1 λ: 1.54056 Filter:mono d-sp: | | | | | 31.272 | 35 | 1 | 2 | 0 | | | | |
| Cut: Int: l/lcor: | | | | | 31.750 | 4 | 2 | 1 | 0 | | | | |
| Ref: , NBSMA6 Vol. 11, (1974) p. 18 | | | | | 38.168 | 25 | 1 | 2 | 1 | | | | |
| | | | | | 38.593 | 50 | 2 | 1 | 1 | | | | |
| | | | | | 40.153 | 30 | 2 | 2 | 0 | | | | |
| Sys:Orthorombic S.G.:Pnm | | | | | 43.407 | 20 | 0 | 0 | 2 | | | | |
| a:6.261 | b:6.429 | c:4.167 | A: | C: | 44.670 | 3 | 1 | 3 | 0 | | | | |
| α: | β: | γ: | Z: 2 | mp: | 45.937 | 2 | 2 | 2 | 1 | | | | |
| Dx: 2.198 | Dm | SS/FOM: | | | 47.675 | 25 | 0 | 3 | 1 | | | | |
| Structur:oP 6.00: Distorted rutile, \O2 Ti\ | | | | | 48.104 | 10 | 1 | 1 | 2 | | | | |
| Color: Colorless | | | | | 48.763 | 11 | 3 | 0 | 1 | | | | |
| Comment: A=1.600, B=1.605, Q=1.613, Sign=+, | | | | | 50.917 | 10 | 3 | 1 | 1 | | | | |
| 2V=40(15° 772 C Very hygroscopic. Pattern | | | | | 52.197 | 4 | 3 | 2 | 0 | | | | |
| taken at 25 C. Prepared by slowly converting \ | | | | | 54.442 | 7 | 1 | 2 | 2 | | | | |
| Ca C O2\ to \Ca Cl2\ by exposure to dry \H Cl\ | | | | | 58.971 | 4 | 4 | 0 | 0 | | | | |
| fumes. To replace 1-338. | | | | | 60.590 | 10 | 2 | 2 | 2 | | | | |
| Mwt: 110.99, Volume[CD]: 167.73 | | | | | 61.982 | 4 | 3 | 3 | 0 | | | | |

| 50-149 | | | | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | | | | | | |
|--|---------|----------|----|--------------|---------------------|--------|----|---|---|----------|-----|---|---|---|----------|-----|---|---|---|
| Potassium Magnesium Phosphate | | | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| | | | | | 13.999 | 6 | 1 | 1 | 0 | 42.896 | 6 | 3 | 3 | 0 | 58.541 | 2 | 4 | 2 | 2 |
| Subfiles: I CER | | | | | 19.095 | 5 | 0 | 2 | 0 | 43.785 | 2 | 1 | 4 | 1 | 59.689 | 8 | 0 | 6 | 0 |
| KMgPO ₄ | | | | | 19.215 | 5 | 0 | 1 | 1 | 44.494 | 1 | 2 | 2 | 2 | | | | | |
| Rad:CuKa λ: 1.54178 Filter:beta d-sp:Diffr. | | | | | 20.584 | 15 | 2 | 0 | 0 | 46.183 | 10 | 1 | 3 | 2 | | | | | |
| Cut: Int: l/lcor: | | | | | 21.723 | 14 | 1 | 2 | 0 | 46.452 | 4 | 4 | 1 | 1 | | | | | |
| Ref: Wallez, G., Quarton, M., Laboratoire de | | | | | 21.823 | 9 | 1 | 1 | 1 | 47.561 | 17 | 3 | 1 | 2 | | | | | |
| Cristallochimie du Solide, Univ. Paris, France., 00GRNT(| | | | | 27.499 | 83 | 1 | 2 | 1 | 47.611 | 2 | 2 | 4 | 1 | | | | | |
| 1998) | | | | | 28.218 | 50 | 2 | 2 | 0 | 49.629 | 1 | 4 | 2 | 1 | | | | | |
| | | | | | 28.298 | 100 | 2 | 1 | 1 | 50.199 | 5 | 1 | 5 | 0 | | | | | |
| | | | | | 30.656 | 11 | 1 | 3 | 0 | 50.688 | 1 | 3 | 2 | 2 | | | | | |
| Sys:Orthorombic S.G.:Pna21 | | | | | 32.574 | 12 | 3 | 1 | 0 | 52.117 | 3 | 0 | 5 | 1 | | | | | |
| a:8.624 | b:9.287 | c:5.3187 | A: | C: | 33.464 | 28 | 0 | 3 | 1 | 52.257 | 3 | 0 | 4 | 2 | | | | | |
| α: | β: | γ: | T | Z: 4 | mp: | 33.673 | 31 | 0 | 0 | 53.406 | 2 | 1 | 4 | 2 | | | | | |
| Dx: 2.469 | Dm | SS/FOM: | | | 35.092 | 4 | 1 | 3 | 1 | 53.535 | 16 | 3 | 4 | 1 | | | | | |
| Structur:oP 28.00: | | | | | 35.672 | 2 | 2 | 3 | 0 | 54.624 | 2 | 4 | 3 | 1 | | | | | |
| Color: Colorless | | | | | 36.631 | 5 | 1 | 1 | 2 | 54.764 | 1 | 4 | 0 | 2 | | | | | |
| Comment: Solid state reaction between \K2 C O3\, \Mg O\ | | | | | 36.741 | 2 | 3 | 2 | 0 | 55.614 | 2 | 3 | 3 | 2 | | | | | |
| and \N H4 H2 P O4\ at 800 C for 48 hours. | | | | | 36.801 | 2 | 3 | 1 | 1 | 55.724 | 1 | 4 | 1 | 2 | | | | | |
| 1404 C Pattern taken at 386 C. Ferroelectric | | | | | 38.749 | 1 | 0 | 4 | 0 | 56.533 | 4 | 1 | 2 | 3 | | | | | |
| form, stable in temperature range 362-422 C. | | | | | 38.999 | 7 | 0 | 2 | 2 | 56.613 | 1 | 2 | 5 | 1 | | | | | |
| Isostructural with \N H4 Li S O4\ medium- | | | | | 39.608 | 2 | 2 | 3 | 1 | 56.752 | 1 | 2 | 4 | 2 | | | | | |
| temperature form. | | | | | 39.788 | 5 | 2 | 0 | 2 | 56.902 | 4 | 5 | 2 | 0 | | | | | |
| Mwt: 158.37, Volume[CD]: 425.98 | | | | | 40.587 | 1 | 3 | 2 | 1 | 56.942 | 4 | 5 | 1 | 1 | | | | | |
| | | | | | 41.866 | 18 | 4 | 0 | 0 | 56.982 | 3 | 2 | 1 | 3 | | | | | |

| 16-820 | | Quality: index. | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | | | | | | |
|--|--|-----------------|---------------------|-----|----|---|---|----------|-----|----|---|---|----------|-----|----|---|---|
| Potassium Carbonate | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| | | | 15.841 | 4 | 0 | 1 | 1 | 40.817 | 1 | 0 | 1 | 3 | 53.278 | 4 | -3 | 1 | 2 |
| Subfiles: I CP EDU | | | 18.015 | 2 | 0 | 2 | 0 | 41.089 | 8 | 2 | 2 | 1 | 53.888 | 2 | 0 | 0 | 4 |
| K ₂ CO ₃ | | | 18.277 | 2 | 1 | 1 | 0 | 42.549 | 1 | -2 | 3 | 0 | 54.372 | 4 | -2 | 4 | 2 |
| Rad: CuKα1 λ: 1.54056 Filter: d-sp: Guinier | | | 21.035 | 2 | -1 | 1 | 1 | 42.845 | 20 | -2 | 2 | 2 | | | | | |
| Cut: Int: l/lcor: | | | 26.189 | 14 | 0 | 0 | 2 | 44.786 | 1 | -1 | 2 | 3 | | | | | |
| Ref: de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands., 00GRNT | | | 28.587 | 2 | -1 | 0 | 2 | 45.474 | 12 | 0 | 4 | 2 | | | | | |
| | | | 30.043 | 20 | -1 | 1 | 2 | 47.782 | 2 | -2 | 3 | 2 | | | | | |
| | | | 30.231 | 8 | 0 | 3 | 1 | 48.131 | 2 | 0 | 5 | 1 | | | | | |
| | | | 31.612 | 100 | 1 | 3 | 0 | 48.679 | 2 | -2 | 1 | 3 | | | | | |
| Sys: Monoclinic S.G.: P21/a | | | 31.984 | 18 | 0 | 2 | 2 | 48.874 | 2 | 2 | 2 | 2 | | | | | |
| a: 5.638 b: 9.841 c: 6.876 A: C: | | | 32.090 | 85 | 2 | 0 | 0 | 49.043 | 8 | 1 | 5 | 0 | | | | | |
| α: β: 98.66 γ: Z: 4 mp: | | | 32.816 | 4 | 1 | 0 | 2 | 49.383 | 4 | 2 | 4 | 0 | | | | | |
| Dx: 2.434 Dm SS/FOM: | | | 33.395 | 1 | -2 | 1 | 0 | 49.699 | 2 | -3 | 1 | 1 | | | | | |
| | | | 34.102 | 20 | 1 | 1 | 2 | 49.903 | 4 | 1 | 4 | 2 | | | | | |
| Structur: mP 24.00: | | | 35.279 | 2 | 1 | 3 | 1 | 50.256 | 2 | -1 | 5 | 1 | | | | | |
| Comment: Plus 14 additional reflections to 1.394. To replace 1-1001. | | | 37.686 | 25 | -2 | 2 | 1 | 51.409 | 4 | -2 | 2 | 3 | | | | | |
| | | | 38.101 | 6 | 0 | 3 | 2 | 51.658 | 4 | 1 | 5 | 1 | | | | | |
| Mwt: 138.21, Volume[CD]: 377.16 | | | 38.906 | 18 | 0 | 4 | 1 | 52.650 | 2 | 2 | 4 | 1 | | | | | |

DRX Corpos Cerâmicos

| 26-911 | Quality:index. | Wavelength 1.540598 | | | | |
|---|----------------|---------------------|-----|----|---|---|
| Potassium Aluminum Silicate Hydroxide | | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Illite-2\ITM#1\RG | | 8.836 | 90 | 0 | 0 | 2 |
| Subfiles: I M FOR COR | | 17.653 | 50 | 0 | 0 | 4 |
| (K,H ₃ O)Al ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂ | | 19.801 | 16 | 1 | 1 | 0 |
| | | 19.982 | 14 | -1 | 1 | 1 |
| Rad:CoKa λ: 1.7902 Filter:beta d-sp: | | 22.842 | 8 | -1 | 1 | 3 |
| Cut: Int: l/lcor: | | 23.901 | 12 | 0 | 2 | 3 |
| Ref: Sekino et al., NJMMAW(1973) p. 189 | | 25.727 | 14 | -1 | 1 | 4 |
| | | 26.668 | 100 | 0 | 0 | 6 |
| Sys:Monoclinic S.G.:A2/a | | 27.858 | 16 | 1 | 1 | 4 |
| a:5.19 b:9.00 c:20.16 A: C: | | 29.879 | 18 | 0 | 2 | 5 |
| α: β: 95.18 γ: Z: 4 mp: | | 31.171 | 12 | 1 | 1 | 5 |
| Dx: 2.821 Dm 2.790 SS/FOM: | | 31.948 | 12 | -1 | 1 | 6 |
| | | 35.051 | 12 | 1 | 3 | 1 |
| Structur:mC 84.00: | | 35.759 | 8 | 0 | 0 | 8 |
| Color: White | | 36.450 | 8 | -1 | 3 | 3 |
| Comment: A=1.579, B=1.602, Q=1.618, Sign=-, 2V=3° | | 40.209 | 4 | 2 | 2 | 0 |
| Density calculated for K#1 no \H3 O\. | | 45.187 | 50 | 1 | 3 | 6 |
| Specimen from Tanakami-yama pegmatite, Shiga Prefecture, Japan. Chemical analysis (wt.%): \Si O2\ 45.67, \Al2 O3\ 36.88, \Mn O\ 0.82, \K2 O\ 8.90, \H2 O\ 6.78, F 0.64, minor \ Na2 O\, \Fe O\, \Fe2 O3\. | | 61.845 | 14 | -3 | 3 | 1 |
| 2M#1 structure. To replace 9-334 and 15-603. | | | | | | |
| Mwt: 398.31, Volume[CD]: 937.83 | | | | | | |

| 33-664 | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | |
|---|--------------|---------------------|-----|---|---|----|----------|-----|---|---|----|
| Iron Oxide | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Hematite, syn | | 24.138 | 30 | 0 | 1 | 2 | 113.594 | 2 | 0 | 4 | 8 |
| Subfiles: I M A NBS CP FOR EDU COR PIG | | 33.153 | 100 | 1 | 0 | 4 | 116.044 | 5 | 1 | 3 | 10 |
| Fe ₂ O ₃ | | 35.612 | 70 | 1 | 1 | 0 | 117.758 | 1 | 3 | 0 | 12 |
| | | 39.277 | 3 | 0 | 0 | 6 | 118.697 | 3 | 2 | 0 | 14 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.540598 Filter:mono | d-sp:Diffr. | 40.855 | 20 | 1 | 1 | 3 | 122.431 | 6 | 4 | 1 | 6 |
| Cut: | Int: | 43.519 | 3 | 2 | 0 | 2 | 125.929 | 1 | 2 | 3 | 8 |
| Ref. , NBSMA6 Vol. 18, (1981) p. 37 | I/cor:2.4 | 49.480 | 40 | 0 | 2 | 4 | 128.758 | 3 | 4 | 0 | 10 |
| | | 54.091 | 45 | 1 | 1 | 6 | 131.877 | 5 | 1 | 2 | 14 |
| Sys:Rhombohedral | S.G.:R-3c | 56.152 | 1 | 2 | 1 | 1 | 133.241 | 3 | 3 | 3 | 0 |
| a:5.0356 b: c:13.7489 A: C: | | 57.429 | 5 | 1 | 2 | 2 | 144.456 | 4 | 3 | 2 | 10 |
| α: β: γ: Z: 6 mp: | | 57.590 | 10 | 0 | 1 | 8 | 147.971 | 4 | 2 | 4 | 4 |
| Dx: 5.270 Dm 5.260 SS/FOM: | | 62.451 | 30 | 2 | 1 | 4 | | | | | |
| | | 63.991 | 30 | 3 | 0 | 0 | | | | | |
| Structur:hR 10.00: \AI2 O3\ | | 66.028 | 1 | 1 | 2 | 5 | | | | | |
| Color: Dark reddish brown | | 69.601 | 3 | 2 | 0 | 8 | | | | | |
| Comment: A=2.94, B=3.22, Sign=-, 1350-136° Sample | | 71.937 | 10 | 1 | 0 | 10 | | | | | |
| from Pfizer, Inc., NY, USA, heated at 800 C for | | 72.262 | 6 | 1 | 1 | 9 | | | | | |
| 3 days. Pattern taken at 25 C. To replace 13- | | 75.430 | 8 | 2 | 2 | 0 | | | | | |
| 534 and validated by calculated pattern 24-72. | | 77.729 | 4 | 3 | 0 | 6 | | | | | |
| Opaque mineral optical data on specimen from | | 78.760 | 2 | 2 | 2 | 3 | | | | | |
| Elba, R#1R#0=30.2, RR#2R#e=26.1, Disp.=16, | | 80.711 | 5 | 1 | 2 | 8 | | | | | |
| VHN=1038 (mean at 100, 200, 300), Color | | 82.939 | 5 | 0 | 2 | 10 | | | | | |
| values=1 .299, .309, 29.8, 2 .299, .309, 25.7, | | 84.916 | 7 | 1 | 3 | 4 | | | | | |
| Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy | | 88.542 | 7 | 2 | 2 | 6 | | | | | |
| QDF. Pattern reviewed by Syvinski, W., | | 91.345 | 2 | 0 | 4 | 2 | | | | | |
| McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, | | 93.715 | 7 | 2 | 1 | 10 | | | | | |
| ND, USA, \ITICDD Grant-in-Aid\RG (1990). | | 95.239 | 1 | 1 | 1 | 12 | | | | | |
| Agress well with experimental and calculated | | 95.663 | 3 | 4 | 0 | 4 | | | | | |
| patterns. Additional weak reflection [indicated | | 102.285 | 4 | 3 | 1 | 8 | | | | | |
| by brackets] was observed. Also called: crocus | | 104.914 | 1 | 2 | 2 | 9 | | | | | |
| mantis. Also called: venetian red. Also called: | | 106.623 | 5 | 3 | 2 | 4 | | | | | |
| ferrite. Also called: indian red. Also called: | | 107.025 | 4 | 0 | 1 | 14 | | | | | |
| crocus. | | 108.090 | 5 | 4 | 1 | 0 | | | | | |
| Mwt: 159.69, Volume[CD]: 301.93 | | 111.518 | 2 | 4 | 1 | 3 | | | | | |

| 38-1423 | | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | |
|--|--|--------------|---------------------|-----|---|---|---|----------|-----|---|---|----|
| Potassium Aluminum Silicate | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Leucite, syn | | | 9.320 | 3 | 1 | 0 | 1 | 48.830 | 4 | 5 | 4 | 3 |
| Subfiles: I M NBS CP ZEO | | | 13.537 | 3 | 2 | 0 | 0 | 49.542 | 3 | 3 | 3 | 6 |
| KAlSi ₂ O ₆ | | | 16.053 | 7 | 1 | 1 | 2 | 50.341 | 3 | 6 | 4 | 0 |
| | | | 16.461 | 37 | 2 | 1 | 1 | 50.552 | 2 | 4 | 2 | 6 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.540598 Filter:mono d-sp:Diffr. | | | 18.715 | 7 | 2 | 0 | 2 | 50.893 | 4 | 6 | 3 | 3 |
| Cut: Int: l/lcor: | | | 19.183 | 1 | 2 | 2 | 0 | 51.163 | 4 | 7 | 1 | 2 |
| Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS (USA), 00GRNT(1987) | | | 20.520 | 2 | 1 | 0 | 3 | 51.305 | 3 | 7 | 2 | 1 |
| | | | 24.663 | 8 | 2 | 1 | 3 | 51.575 | 1 | 6 | 2 | 4 |
| | | | 25.115 | 9 | 3 | 1 | 2 | 52.944 | 6 | 3 | 2 | 7 |
| Sys:Tetragonal S.G.:I41/a | | | 25.383 | 13 | 3 | 2 | 1 | 53.589 | 1 | 5 | 1 | 6 |
| a:13.0654 b: c:13.7554 A: C: | | | 25.892 | 69 | 0 | 0 | 4 | 54.902 | 9 | 7 | 2 | 3 |
| α: β: γ: Z: 16 mp: | | | 27.277 | 100 | 4 | 0 | 0 | 55.150 | 11 | 7 | 3 | 2 |
| Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS (USA), PODIE2 Vol. 2, (1987) p. 198 | | | 28.234 | 5 | 3 | 0 | 3 | 56.273 | 4 | 8 | 0 | 0 |
| | | | 28.890 | 5 | 4 | 1 | 1 | 56.504 | 5 | 4 | 4 | 6 |
| Dx: 2.469 Dm SS/FOM: | | | 29.321 | 4 | 2 | 0 | 4 | 57.190 | 2 | 8 | 1 | 1 |
| | | | 30.266 | 8 | 4 | 0 | 2 | 57.431 | 3 | 6 | 4 | 4 |
| | | | 30.569 | 29 | 4 | 2 | 0 | 58.185 | 4 | 8 | 2 | 0 |
| Structur:tl 160.00: | | | 31.437 | 44 | 3 | 2 | 3 | 58.735 | 2 | 5 | 0 | 7 |
| Color: Colorless | | | 31.810 | 23 | 3 | 3 | 2 | 59.829 | 1 | 7 | 0 | 5 |
| Comment: Prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA, by sol gel technique using i-propanol. | | | 33.273 | 2 | 1 | 0 | 5 | 60.237 | 3 | 7 | 3 | 4 |
| Tetraethylorthosilicate was partially prehydrolysed to compensate for slow hydrolysis; mixed with stoichiometric amounts of aluminum isobutoxide and potassium acetate; mixed under argon, stirred and heated overnight at 102 C; hydrolysed with a 1N H4 O H\ i-propanol mixture, heated and stirred overnight at 102 C. The amorphous gel was centrifuged, washed and air dried, crystallized by heating at 1450 C for 15 hours. The structure was determined by Wyart (1). The stability of Leucite was investigated by Seki and Kennedy (2). The structure of this specimen was refined by neutron diffraction by F. Beech and A. Santoro. To replace 15-47. A cubic high temperature modification was described by Hermansson and Carlsson, 31-967 (1978). B=1.5095(1) See ICSD 9826 and 29243 (PDF 71-1147). | | | 33.889 | 12 | 3 | 1 | 4 | 60.537 | 3 | 8 | 1 | 3 |
| | | | 34.376 | 3 | 4 | 1 | 3 | 61.759 | 1 | 3 | 3 | 8 |
| | | | 36.065 | 3 | 2 | 1 | 5 | 62.568 | 4 | 7 | 5 | 2 |
| | | | 37.442 | 3 | 5 | 1 | 2 | 62.779 | 5 | 2 | 1 | 9 |
| | | | 37.616 | 3 | 5 | 2 | 1 | 63.671 | 1 | 8 | 4 | 0 |
| | | | 37.964 | 20 | 4 | 0 | 4 | 64.503 | 2 | 9 | 0 | 1 |
| | | | 38.677 | 4 | 3 | 0 | 5 | 64.700 | 2 | 8 | 2 | 4 |
| | | | 38.978 | 5 | 4 | 4 | 0 | 65.945 | 1 | 5 | 4 | 7 |
| | | | 39.238 | 3 | 3 | 3 | 4 | 66.289 | 1 | 3 | 2 | 9 |
| | | | 39.670 | 3 | 5 | 0 | 3 | 67.657 | 2 | 9 | 0 | 3 |
| | | | 41.170 | 3 | 3 | 2 | 5 | 67.967 | 2 | 8 | 5 | 1 |
| | | | 41.717 | 5 | 2 | 0 | 6 | 68.215 | 3 | 7 | 3 | 6 |
| | | | 42.092 | 5 | 5 | 2 | 3 | 69.327 | 2 | 9 | 2 | 3 |
| | | | 42.378 | 9 | 5 | 3 | 2 | 69.843 | 1 | 2 | 0 | 10 |
| | | | 43.524 | 3 | 4 | 1 | 5 | | | | | |
| | | | 43.798 | 11 | 6 | 2 | 0 | | | | | |
| | | | 44.867 | 3 | 5 | 4 | 1 | | | | | |
| | | | 46.699 | 3 | 1 | 0 | 7 | | | | | |
| | | | 47.069 | 3 | 6 | 3 | 1 | | | | | |
| | | | 47.379 | 3 | 4 | 4 | 4 | | | | | |
| Mwt: 218.25, Volume[CD]: 2348.11 | | | 48.453 | 2 | 5 | 3 | 4 | | | | | |

| 41-1476 | | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | |
|--|---------------------|--------------|---------------------|---------|----|---|---|
| Potassium Chloride | | | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Sylvite, syn | | | 24.482 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Subfiles: I M CP FOR EDU PHR | | | 28.346 | 100 | 2 | 0 | 0 |
| KCl | | | 40.508 | 37 | 2 | 2 | 0 |
| <hr/> | | | 47.910 | 1 | 3 | 1 | 1 |
| Rad:CuKa1 | λ : 1.54056 | Filter:mono | d-sp:Diffr. | 50.170 | 10 | 2 | 2 |
| Cut: | | Int: | l/lcor: | 58.642 | 5 | 4 | 0 |
| Ref: Welton, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA., 00GRNT(1989) | | | | 66.383 | 9 | 4 | 2 |
| <hr/> | | | 73.735 | 5 | 4 | 2 | 2 |
| Sys:Cubic | | | S.G.:Fm3m | 87.681 | 1 | 4 | 4 |
| a:6.2917 | b: | c: | A: | 94.558 | 2 | 6 | 0 |
| α : | β : | γ : | Z: 4 | 101.488 | 2 | 6 | 2 |
| Ref: Copper, M., Rouse, K., ACACBN Vol. 29, (1973) p. 514 | | | mp: | 108.608 | 1 | 6 | 2 |
| Dx: 1.988 | Dm 1.990 | SS/FOM: | | 116.044 | 1 | 4 | 4 |
| <hr/> | | | 123.980 | 1 | 6 | 4 | 0 |
| | | | | 132.739 | 1 | 6 | 4 |

Structur:cF 8.00:

Color: White

Comment: Sample from Mallinckrodt. Lot analysis showed sample as 99.9+% pure. Sample recrystallized from 50/50 ethanol water solvent system and heated at 600 C for 72 hours. 790 C B=1.4904 To replace 4-587 and validated by calculated patterns 26-920 and 26-921.

Mwt: 74.55, Volume[CD]: 249.06

| 39-1425 | Quality:star | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | |
|--|--------------|---------------------|-----|---|---|---|----------|-----|---|---|---|
| Silicon Oxide | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Cristobalite, syn | | 21.985 | 100 | 1 | 0 | 1 | 81.862 | 1 | 2 | 1 | 5 |
| Subfiles: I M A NBS CP FOR CEM PIG EDU | | 25.320 | 1 | 1 | 1 | 0 | 82.884 | 1 | 3 | 1 | 4 |
| SiO ₂ | | 28.439 | 8 | 1 | 1 | 1 | 83.620 | 1 | 3 | 3 | 1 |
| | | 31.462 | 9 | 1 | 0 | 2 | 87.840 | 1 | 3 | 3 | 2 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.540598 Filter:mono d-sp:Diffr. | | 36.080 | 13 | 2 | 0 | 0 | 89.120 | 1 | 4 | 2 | 1 |
| Cut: Int: I/lor: | | 36.381 | 4 | 1 | 1 | 2 | 89.280 | 1 | 1 | 1 | 6 |
| Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS, Gaithersburg, MD, USA., 00GRNT(1988) | | 38.410 | 1 | 2 | 0 | 1 | | | | | |
| | | 42.656 | 2 | 2 | 1 | 1 | | | | | |
| | | 44.843 | 2 | 2 | 0 | 2 | | | | | |
| | | 47.063 | 4 | 1 | 1 | 3 | | | | | |
| Sys:Tetragonal S.G.:P41212 | | 48.611 | 4 | 2 | 1 | 2 | | | | | |
| a:4.9732 b: c:6.9236 A: C: | | 51.940 | 1 | 2 | 2 | 0 | | | | | |
| α: β: γ: Z: 4 mp: | | 52.869 | 1 | 0 | 0 | 4 | | | | | |
| Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., PODIE2 Vol. 3, (1988) p. 253 | | 54.156 | 2 | 2 | 0 | 3 | | | | | |
| Dx: 2.331 Dm SS/FOM: | | 56.220 | 1 | 1 | 0 | 4 | | | | | |
| | | 57.084 | 3 | 3 | 0 | 1 | | | | | |
| | | 57.507 | 1 | 2 | 1 | 3 | | | | | |
| Structur:TP 12.00: \O2 Si\ | | 58.680 | 1 | 3 | 1 | 0 | | | | | |
| Color: Colorless | | 58.870 | 1 | 2 | 2 | 2 | | | | | |
| Comment: Cristobalite was prepared by the Trans Tech Company using Berkeley 5 micron MIN-U-SIL(R). A two kilogram sample was heated at 1600 C for eight hours. The sample was then air quenched, treated with 6N HCl and then jet-milled. The +325 mesh fraction was then removed by sieving. The structure was determined by Peacor (1). The temperature was ~25 C. There are a number of other forms of \Si O2\ . To replace 11-695 and validated by calculated pattern. See ICSD 30269, 34927, 34928, 34929, 47219, 47220 and 47221 (PDF 75-923, 76-935, 76-936, 76-937, 77-1315, 77-1316 and 77-1317). | | 60.304 | 2 | 3 | 1 | 1 | | | | | |
| | | 62.019 | 2 | 3 | 0 | 2 | | | | | |
| | | 65.102 | 2 | 3 | 1 | 2 | | | | | |
| | | 65.650 | 1 | 2 | 0 | 4 | | | | | |
| | | 66.813 | 1 | 2 | 2 | 3 | | | | | |
| | | 68.676 | 2 | 2 | 1 | 4 | | | | | |
| | | 69.420 | 1 | 3 | 2 | 1 | | | | | |
| | | 69.790 | 1 | 3 | 0 | 3 | | | | | |
| | | 70.542 | 1 | 1 | 0 | 5 | | | | | |
| | | 72.690 | 1 | 3 | 1 | 3 | | | | | |
| | | 73.908 | 1 | 3 | 2 | 2 | | | | | |
| | | 77.312 | 1 | 2 | 2 | 4 | | | | | |
| | | 78.020 | 1 | 4 | 0 | 1 | | | | | |
| | | 79.394 | 1 | 4 | 1 | 0 | | | | | |
| Mwt: 60.08, Volume[CD]: 171.24 | | 81.150 | 1 | 3 | 2 | 3 | | | | | |

| 15-776 | | Quality.index. | Wavelength 1.540598 | | | | | | | | | | | | | | |
|--|--|----------------|---------------------|-----|---|---|---|----------|-----|---|---|---|----------|-----|---|---|---|
| Aluminum Silicate | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Mullite, syn | | | 16.433 | 50 | 1 | 1 | 0 | 58.996 | 2 | 1 | 4 | 1 | 77.185 | 2 | 3 | 1 | 2 |
| Subfiles: I M NBS CP FOR EDU | | | 23.554 | 8 | 2 | 0 | 0 | 59.765 | 2 | 4 | 1 | 1 | 78.314 | 2 | 4 | 4 | 1 |
| Al ₆ Si ₂ O ₁₃ | | | 25.971 | 95 | 1 | 2 | 0 | 60.713 | 35 | 3 | 3 | 1 | 78.838 | 2 | 2 | 6 | 0 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.54056 Filter:beta d-sp: | | | 26.268 | 100 | 2 | 1 | 0 | 61.494 | 2 | 1 | 5 | 0 | 80.482 | 4 | 2 | 3 | 2 |
| Cut: Int: l/cor: | | | 30.961 | 20 | 0 | 0 | 1 | 62.676 | 2 | 5 | 1 | 0 | 81.048 | 3 | 5 | 3 | 1 |
| Ref: , NBSMA6 Vol. 3, (1964) p. 3 | | | 33.229 | 40 | 2 | 2 | 0 | 63.055 | 2 | 2 | 4 | 1 | 84.496 | 2 | 4 | 0 | 2 |
| | | | 35.279 | 50 | 1 | 1 | 1 | 63.663 | 8 | 4 | 2 | 1 | 87.004 | 1 | 2 | 6 | 1 |
| | | | 36.994 | 14 | 1 | 3 | 0 | 64.573 | 18 | 0 | 0 | 2 | 88.572 | 4 | 2 | 4 | 2 |
| Sys:Orthorhombic S.G.:Pbam | | | 37.555 | 2 | 3 | 1 | 0 | 65.495 | 4 | 2 | 5 | 0 | 89.092 | 5 | 4 | 2 | 2 |
| a:7.5456 b:7.6898 c:2.8842 A: C: | | | 38.993 | 4 | 0 | 2 | 1 | 66.516 | 8 | 5 | 2 | 0 | 93.820 | 2 | 2 | 7 | 0 |
| α: β: γ: Z: .75 mp: | | | 39.277 | 20 | 2 | 0 | 1 | 67.132 | 2 | 1 | 1 | 2 | 98.449 | 4 | 1 | 7 | 1 |
| Dx: 3.171 Dm 3.000 SS/FOM: | | | 40.875 | 60 | 1 | 2 | 1 | 69.618 | 6 | 2 | 0 | 2 | 98.962 | 4 | 2 | 5 | 2 |
| | | | 42.591 | 25 | 2 | 3 | 0 | 69.808 | 6 | 4 | 4 | 0 | 99.872 | 8 | 3 | 7 | 0 |
| Structur:oP 15.75: | | | 42.909 | 8 | 3 | 2 | 0 | 70.444 | 12 | 1 | 5 | 1 | | | | | |
| Color: Colorless | | | 46.060 | 2 | 2 | 2 | 1 | 70.846 | 5 | 1 | 2 | 2 | | | | | |
| Comment: A=1.637, B=1.641, Q=1.652, Sign=+, 2V=45-5° | | | 47.228 | 2 | 0 | 4 | 0 | 70.993 | 5 | 2 | 1 | 2 | | | | | |
| Sample was prepared from stoichiometric mixture of Al ₂ O ₃ and SiO ₂ x H ₂ O. | | | 48.185 | 8 | 4 | 0 | 0 | 71.578 | 4 | 5 | 1 | 1 | | | | | |
| Sample was repeatedly ground and heated up to temperature of 1725 C. Spectrographic | | | 48.846 | 2 | 1 | 4 | 0 | 71.906 | 3 | 3 | 5 | 0 | | | | | |
| analysis: 0.01 to 0.1% Fe, and 0.001 to 0.01% each of Ca, Cr, Mg, Mn, Ni, Ti and Zr. Pattern | | | 49.469 | 10 | 3 | 1 | 1 | 72.649 | 4 | 5 | 3 | 0 | | | | | |
| taken at 25 C. Chemical analysis showed Al ₂ O ₃ 61.6, SiO ₂ 38 (mole%). | | | 50.813 | 2 | 3 | 3 | 0 | 73.903 | 7 | 0 | 6 | 0 | | | | | |
| | | | 53.463 | 6 | 2 | 4 | 0 | 74.193 | 13 | 2 | 5 | 1 | | | | | |
| | | | 53.884 | 14 | 3 | 2 | 1 | 74.582 | 6 | 2 | 2 | 2 | | | | | |
| | | | 54.094 | 10 | 4 | 2 | 0 | 75.164 | 12 | 5 | 2 | 1 | | | | | |
| | | | 57.563 | 20 | 0 | 4 | 1 | 75.557 | 2 | 6 | 0 | 0 | | | | | |
| Mwt: 426.05, Volume[CD]: 167.35 | | | 58.414 | 12 | 4 | 0 | 1 | 76.838 | 6 | 1 | 3 | 2 | | | | | |

| 21-1276 | | | | Quality:star | | | | Wavelength 1.540598 | | | | | |
|--|--|--|--|--------------|-----|---|---|---------------------|----------|-----|---|---|---|
| Titanium Oxide | | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Rutile, syn | | | | 27.447 | 100 | 1 | 1 | 0 | 140.052 | 12 | 5 | 2 | 1 |
| Subfiles: I M A NBS CP FOR EDU PIG COR | | | | 36.086 | 50 | 1 | 0 | 1 | 143.116 | 2 | 4 | 4 | 0 |
| TiO ₂ | | | | 39.188 | 8 | 2 | 0 | 0 | 155.869 | 2 | 5 | 3 | 0 |
| Rad:CuKa1 λ: 1.54056 Filter:mono d-sp: | | | | 41.226 | 25 | 1 | 1 | 1 | | | | | |
| Cut: Int: l/lcor: 3.40 | | | | 44.052 | 10 | 2 | 1 | 0 | | | | | |
| Ref: , NBSMA6 Vol. 7, (1969) p. 83 | | | | 54.323 | 60 | 2 | 1 | 1 | | | | | |
| | | | | 56.642 | 20 | 2 | 2 | 0 | | | | | |
| | | | | 62.742 | 10 | 0 | 0 | 2 | | | | | |
| Sys:Tetragonal S.G.:P42/mnm | | | | 64.040 | 10 | 3 | 1 | 0 | | | | | |
| a:4.5933 b: c:2.9592 A: C: | | | | 65.480 | 2 | 2 | 2 | 1 | | | | | |
| α: β: γ: Z: 2 mp: | | | | 69.010 | 20 | 3 | 0 | 1 | | | | | |
| Dx: 4.250 Dm 4.230 SS/FOM: | | | | 69.790 | 12 | 1 | 1 | 2 | | | | | |
| | | | | 72.410 | 2 | 3 | 1 | 1 | | | | | |
| Structur:tP 6.00: \O2 Ti\ | | | | 74.411 | 1 | 3 | 2 | 0 | | | | | |
| Color: White | | | | 76.510 | 4 | 2 | 0 | 2 | | | | | |
| Comment: No impurity over 0.001%. Sample obtained | | | | 79.822 | 2 | 2 | 1 | 2 | | | | | |
| from National Lead Co., South Amboy, NJ, | | | | 82.335 | 6 | 3 | 2 | 1 | | | | | |
| USA. Pattern taken at 25 C. Two other | | | | 84.260 | 4 | 4 | 0 | 0 | | | | | |
| polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite | | | | 87.464 | 2 | 4 | 1 | 0 | | | | | |
| (orthorhombic), converted to rutile on heating | | | | 89.557 | 8 | 2 | 2 | 2 | | | | | |
| above 700 C. A=2.9467, B=2.6505, Sign=+ | | | | 90.708 | 4 | 3 | 3 | 0 | | | | | |
| Optical data on specimen from \TDana's | | | | 95.275 | 6 | 4 | 1 | 1 | | | | | |
| System of Mineralogy, 7th Ed.\RG, \BFI\RG | | | | 96.017 | 6 | 3 | 1 | 2 | | | | | |
| 555. Opaque mineral optical data on specimen | | | | 97.176 | 4 | 4 | 2 | 0 | | | | | |
| from Sweden: R#3R%=20.3, Disp.=Std., VHN# | | | | 98.514 | 1 | 3 | 3 | 1 | | | | | |
| 1#0#0=1132-1187, Ref.: IMA Commission on | | | | 105.099 | 2 | 4 | 2 | 1 | | | | | |
| Ore Microscopy QDF. Pattern reviewed by | | | | 106.019 | 2 | 1 | 0 | 3 | | | | | |
| Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State | | | | 109.406 | 2 | 1 | 1 | 3 | | | | | |
| Univ, Fargo, ND, USA, \ITICDD Grant-in-Aid\ | | | | 116.227 | 4 | 4 | 0 | 2 | | | | | |
| RG (1990). Agrees well with experimental and | | | | 117.527 | 4 | 5 | 1 | 0 | | | | | |
| calculated patterns. Additional weak reflections [| | | | 120.059 | 8 | 2 | 1 | 3 | | | | | |
| indicated by brackets] were observed. | | | | 122.788 | 8 | 4 | 3 | 1 | | | | | |
| Validated by calculated pattern. Naturally | | | | 123.660 | 8 | 3 | 3 | 2 | | | | | |
| occurring material may be reddish brown. | | | | 131.847 | 6 | 4 | 2 | 2 | | | | | |
| Mwt: 79.90, Volume[CD]: 62.43 | | | | 136.549 | 8 | 3 | 0 | 3 | | | | | |

| 14-164 | | | | Quality:index. | | | | Wavelength 1.540598 | | | | | |
|--|--|--|--|----------------|-----|----|----|---------------------|----------|-----|----|----|---|
| Aluminum Silicate Hydroxide | | | | 2Theta/° | Int | h | k | l | 2Theta/° | Int | h | k | l |
| Kaolinite-1\ITA\RG | | | | 12.335 | 100 | 0 | 0 | 1 | 39.985 | 20 | -1 | -3 | 2 |
| Subfiles: I M CP FOR EDU COR PIG | | | | 19.810 | 35 | 0 | 2 | 0 | 40.284 | 5 | 0 | 4 | 0 |
| Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄ | | | | 20.324 | 60 | -1 | 1 | 0 | 40.644 | 10 | -2 | 2 | 1 |
| | | | | 21.208 | 45 | -1 | -1 | 1 | 41.050 | 20 | -1 | 3 | 2 |
| Rad:CuKa λ: 1.5418 Filter:mono d-sp:Other | | | | 21.451 | 35 | -1 | 1 | 1 | 41.266 | 20 | 2 | 0 | 1 |
| Cut: Int: l/lcor: | | | | 23.101 | 40 | 0 | -2 | 1 | 41.524 | 5 | 2 | 2 | 0 |
| Ref: Goodyear, Duffin., MNLMBB Vol. 32, (1961) p. 902 | | | | 23.739 | 25 | 0 | 2 | 1 | 41.969 | 10 | 0 | -4 | 1 |
| | | | | 24.858 | 80 | 0 | 0 | 2 | 42.340 | 20 | 0 | -2 | 3 |
| Sys:Anorthic S.G.:P1 | | | | 26.033 | 5 | 1 | -1 | 1 | 42.696 | 10 | 0 | 4 | 1 |
| a:5.155 b:8.959 c:7.407 A: C: | | | | 26.379 | 35 | 1 | 1 | 1 | 43.189 | 10 | -2 | -2 | 2 |
| α:91.68 β: 104.9 γ: 9.94 Z: 2 mp: | | | | 28.263 | 20 | -1 | -1 | 2 | 43.473 | 5 | 0 | 2 | 3 |
| Dx: 2.595 Dm 2.645 SS/FOM: | | | | 28.709 | 20 | -1 | 1 | 2 | 43.827 | 20 | -2 | 2 | 2 |
| | | | | 32.485 | 20 | 0 | 2 | 2 | 45.378 | 35 | -2 | 0 | 3 |
| Structur:aP 17.00: | | | | 34.939 | 35 | -2 | 0 | 1 | 45.619 | 35 | 1 | -3 | 2 |
| Color: White | | | | 35.122 | 25 | 1 | 3 | 0 | 45.937 | 20 | 2 | -2 | 1 |
| Comment: A=1.559(6), B=1.564(5), Q=1.565(5), Sign=-, | | | | 35.380 | 35 | -1 | -3 | 1 | 46.485 | 20 | 2 | 2 | 1 |
| 2V=24-5° Specimen from Scalby, Yorkshire, | | | | 35.612 | 10 | 1 | -1 | 2 | 46.815 | 35 | 1 | 3 | 2 |
| England, UK. Validated by calculated pattern | | | | 35.966 | 45 | 2 | 0 | 0 | 47.280 | 20 | 0 | -4 | 2 |
| Borg and Smith, GSA Memoir, 122. To replace | | | | 37.686 | 25 | 0 | 0 | 3 | 47.675 | 5 | 1 | 1 | 3 |
| 5-143 and 12-447. See ICSD 20593, 27713, | | | | 38.320 | 40 | -2 | 0 | 2 | 47.915 | 25 | -1 | -3 | 3 |
| 27715, 68698 (PDF 72-2300, 74-1784, 74- | | | | 38.473 | 40 | 1 | -3 | 1 | 48.652 | 20 | 0 | 4 | 2 |
| 1786, 80-886). | | | | 39.046 | 5 | -1 | 1 | 3 | 49.354 | 25 | -1 | 3 | 3 |
| Mwt: 258.16, Volume[CD]: 330.43 | | | | 39.259 | 35 | 1 | 3 | 1 | 49.555 | 35 | -2 | -2 | 3 |

