

**INCORPORAÇÃO DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO
(ETE) DO MUNICÍPIO DE CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ EM CERÂMICA
VERMELHA**

ISABELA OLIVEIRA RANGEL AREIAS

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

Abril 2015

INCORPORAÇÃO DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE)
DO MUNICÍPIO DE CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ EM CERÂMICA
VERMELHA.

ISABELA OLIVEIRA RANGEL AREIAS

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

Orientador: Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

Abril 2015

INCORPORAÇÃO DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE)
DO MUNICÍPIO DE CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ EM CERÂMICA
VERMELHA.

ISABELA OLIVEIRA RANGEL AREIAS

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

Aprovada em 01 de Abril de 2015

Comissão Examinadora:

Prof. Eduardo Atem de Carvalho (Ph.D., Engenharia Mecânica) - UENF

Prof. Regina Maria Pinheiro (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais) - IFF

Rosane da Silva Toledo Manhães (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais) -
UENF

Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais) -
UENF - Orientador

Dedico este trabalho à minha vózinha Silvina que está na glória do senhor Jesus, era pequena no tamanho mas grande no coração e no caráter como ela mesmo falava. Agradeço pela educação que me proporcionou dando sempre exemplo de vida, onde me ensinou a respeitar e ajudar ao próximo bem como ser verdadeira, honesta e perseverante. A meu marido Wéllington pelo apoio, por sempre estar ao meu lado; pela compreensão pelas faltas. A toda minha família e também aos meus amigos que sempre estiveram ao meu lado não sempre nas horas de alegrias mas principalmente nos momentos difíceis. Meu muito obrigada!

Agradecimentos:

Primeiramente agradeço a Deus por ter me sustentado e por ter me dado à oportunidade de realizar este trabalho.

A toda minha família e amigos em especial meu marido, minha mãe e as tias Silvana e Ane pelas palavras de apoio, por sempre incentivar ficando sempre na torcida. Valeu pela ajuda constante.

Às minhas amigas Águida Nery, Suéllen Ribeiro, Nicolle Cabral, Michelle Babisk, Eline Rasma e também ao meu amigolino Sebastião Mantovani pelo apoio e incentivo que muitas vezes amenizavam meus dias maus com suas palhaçadas me fazendo dá altas risadas. Seria mais difícil suportar a carga sem vocês. Em especial as amigas Carla Manhanini e Juliana Soares por me salvar diversas vezes, minhas quase co-orientadoras. Obrigada por tudo gente, vocês sabem que são minha nova família.

Ao meu orientador professor Carlos Maurício pela oportunidade de me orientar nesta pesquisa de dissertação de mestrado, e, mesmo que muitas vezes me tirava do sério achando que eu era mulher maravilha pedindo várias coisas ao mesmo tempo, agradeço pela compreensão às vezes e pelas palavras de incentivo e apoio; obrigada por aceitar me orientar agora também no doutorado.

As pessoas maravilhosas que realizaram as análises juntamente comigo pessoas estas que são alunos, técnicos e professores. Sem vocês seria impossível o desenvolvimento dos resultados das análises. São estes: Thaís, Lidiane, professora Aline Intorne, Rômulo, Vanúzia, Milton, Zulmira, Michel, Teresa e professor Rúben Sanches. Em especial agradeço a técnica do LCFIS/UENF Rosane Toledo, pela realização das análises de difração de raios X, pelo ensinamento repassado, obrigada pela confiança em mim depositada e por não medir esforços em me ajudar, muito obrigada!

As empresas: Águas do Paraíba e Arte Cerâmica Sardinha pelo fornecimento das matérias-primas e abertura para que fosse possível a realização desta pesquisa.

A todas as pessoas que me auxiliaram mesmo que de uma forma indireta; aos professores José Nilson, Herval, Márcia e Eduardo Atem; agradeço também ao pessoal do LAMAV que sempre estavam dispostos a ajudar: Ivanilda, Silvio e Shirlene.

Sumário

Lista de Figuras.....	IV
Lista de Tabelas.....	VII
Capítulo 1. Introdução.....	1
Capítulo 2. Objetivos.....	3
2.1. Objetivo geral.....	3
2.2. Objetivos específicos.....	3
Capítulo 3. Justificativas.....	4
Capítulo 4. Revisão Bibliográfica.....	5
4.1. Argila.....	5
4.1.1. Argilas de Campos dos Goytacazes.....	6
4.2. Cerâmica.....	9
4.2.1. Cerâmica Vermelha.....	9
4.2.2. Polo Cerâmico na Região de Campos dos Goytacazes.....	10
4.3. Incorporação de Resíduos na Indústria de Cerâmica Vermelha.....	11
4.4. Resíduos.....	13
4.4.1. Resíduos sólidos.....	14
4.4.2. Classificação dos resíduos sólidos.....	14
4.4.3. Classificação do resíduo de ETE.....	17
4.5. Esgoto.....	17
4.5.1. Estação de Tratamento de Esgoto (ETE).....	19
4.5.1.1. Tratamento preliminar.....	21
4.5.1.2. Tratamento primário.....	22
4.5.1.3. Tratamento secundário.....	23
4.5.1.4. Tratamento Terciário.....	24
4.5.2. Lodo de ETE.....	25
4.5.2.1. Características do lodo de ETE.....	27
4.5.2.2. Caracterização química do lodo.....	28

4.5.3. Reciclagem do lodo de ETE	28
4.6. Incorporação de Resíduo de ETE em Materiais Cerâmicos	30
4.6.1. Incorporação em cerâmica vermelha	30
Capítulo 5. Materiais e Métodos	46
5.1. Materiais Utilizados	47
5.1.1. Beneficiamento	48
5.2. Métodos	49
5.2.1. Inertização do lodo de ETE	49
5.3. Caracterização das matérias primas	50
5.3.1. Análise mineralógica	50
5.3.2. Análise química	50
5.3.2.1. Composição química, determinação do carbono total, matéria orgânica e pH	51
5.3.3. Análises térmicas (ATD/ATG/ e DSC)	52
5.4. Preparação das Composições	52
5.4.1. Plasticidade	52
5.5. Processamento dos corpos de prova	53
5.6. Ensaio Físicos e Mecânicos dos Corpos de Prova	53
5.6.1. Massa específica aparente	53
5.6.2. Retração linear	54
5.6.3. Absorção de água	54
5.6.4. Tensão de ruptura à flexão	55
5.7. Análise microestrutural	55
5.7.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	55
5.7.2. Microscopia Ótica	55
5.7.3. Difração de raios X (DRX)	55
Capítulo 6. Resultados e discussão	56
6.1. Inertização do lodo de ETE	56

6.1.1. Análise microbiológica.....	59
6.2. Caracterização das matérias primas Utilizadas	62
6.2.1. Análise mineralógica	62
6.2.2. Análise química por fluorescência de Raios X (FRX).....	64
6.2.2.1. Composição química, Avaliação do carbono total, matéria orgânica e pH.....	66
6.2.2.2. Poder calorífico.....	67
6.2.3. Análises térmicas	68
6.2.4. Análise granulométrica.....	72
6.2.5. Plasticidade.....	73
6.2.6. Ensaio Físicos e Mecânicos dos Corpos de Prova.....	75
6.2.6.1. Massa específica aparente	75
6.2.6.2. Retração linear	76
6.2.6.3. Absorção de água.....	78
6.2.6.4. Tensão de ruptura à flexão.....	79
6.3. Morfologia	81
6.4. Análise de fases e microestrutural dos corpos Cerâmicos	81
6.4.1. Análise microestrutural.....	81
6.4.1.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	81
6.4.1.2. Microscopia Ótica	85
6.4.2. Análise de fases.....	87
Capítulo 7. Conclusões e sugestões	93
7.1. Conclusões	93
7.2. Sugestões para trabalhos futuros	95
Capítulo 8. Referência Bibliográfica	96

Lista de Figuras

Figura 1. Difractogramas de raios X das massas estudadas por Santos et al. (2002).	9
Figura 2. Classificação e caracterização de resíduos sólidos. Fonte: NBR ABNT 10004 (2004).	16
Figura 3. Impurezas contidas na água (adaptado de Barnes et al, 1981).	17
Figura 4. Complexo de tratamento de esgoto da CAP - ETE Chatuba Campos - R. J.	26
Figura 5. Lodo gerado na ETE da CAP.	26
Figura 6. Curvas de difração de raios X das diferentes matérias-primas. A) Argila. B) Lama vermelha. C) Lodo de esgoto. (Díaz et al., 2013).	32
Figura 7. Módulo de resistência à flexão. A linha horizontal representa o valor mínimo requerido para tijolos de alvenaria (DÍAZ et al., 2013).	33
Figura 8. Difractograma de raios X do lodo cerâmico. An: anortita; Q: quartzo- α ; SB: silicato de bário; SZ: silicato de zircônio (NANDI et al. , 2012).	37
Figura 9. Curva termodiferencial e termogravimétrica do lodo de ETE (NANDI et al., 2012).	38
Figura 10. Tensão de ruptura para argila com lodo de ETE (TEIXEIRA et al., 2002).	44
Figura 11. Absorção de água para amostras com resíduo de ETE (TEIXEIRA et al., 2002).	45
Figura 12. Fluxograma esquemático do procedimento experimental.	46
Figura 13. Matérias-primas utilizadas na pesquisa: lodo de ETE e massa cerâmica respectivamente.	47
Figura 14. Aquisição de uma das matérias-primas que foi utilizada nesta pesquisa, a massa cerâmica fornecida pela Arte cerâmica Sardinha.	47
Figura 15. Vista parcial da Estação de Tratamento de Esgoto de Chatuba, Campos dos Goytacazes-RJ.	48
Figura 16. Equipamento utilizado no beneficiamento das matérias-primas.	48
Figura 17. Corpos de prova confeccionados.	53
Figura 18. Peagâmetro utilizado para medição do pH do resíduo.	57
Figura 19. Caleação - processo de inertização do lodo de ETE.	58
Figura 20. Caixas onde o lodo de ETE ficou armazenado após inertização.	59

Figura 21. Plaqueamento deve ser feito no fluxo laminar utilizando alça de platina e lamparina. _____	60
Figura 22. Esquema demonstrando como deve ser descarregada a alça na placa. _____	61
Figura 23. Placa apresentando colônia enegrecida. _____	61
Figura 24. Forma de como realizar o teste bioquímico. _____	62
Figura 25. Difratoograma de raios X do lodo de ETE. _____	63
Figura 26. Difratoograma de raios X da massa cerâmica. _____	64
Figura 27. Curvas de análise termogravimétrica (ATG) para o lodo de ETE. _____	69
Figura 28. Curvas de DSC/TG do lodo de ETE. _____	70
Figura 29. Curvas de análise termogravimétrica (ATG) para a massa cerâmica. _____	71
Figura 30. Curvas de análise térmica diferencial (ATD) para a massa cerâmica. _____	72
Figura 31. Distribuição de tamanho de partículas da massa cerâmica e do lodo de ETE. _____	73
Figura 32. Prognóstico de extrusão por meio dos Limites de Atterberg. _____	75
Figura 33. Densidade aparente a seco das composições. _____	76
Figura 34. Retração linear das peças queimadas. _____	78
Figura 35. Absorção de água em função do teor do lodo de ETE incorporado e da temperatura de queima. _____	79
Figura 36. Tensão de Ruptura à Flexão em função do teor do lodo de ETE incorporado e da temperatura de queima. _____	81
Figura 37. Morfologia das partículas do resíduo de ETE: (a) 70X; (b) 100X. _____	82
Figura 38. Cerâmica M0 queimada a 850°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x; (d) 500 x. _____	83
Figura 39. Cerâmica M0 queimada a 950°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x. _____	83
Figura 40. Cerâmica M2,5 queimada a 850°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x (d) 500 x. _____	84
Figura 41. Cerâmica M2,5 queimada a 950°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x (d) 500 x. _____	84
Figura 42. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M0 queimada a 850°C. (a) 108 x; (b) 216 x. _____	85
Figura 43. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M0 queimada a 950°C. (a) 108 x; (b) 216 x. _____	85
Figura 44. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M15 queimada a 850°C. (a) 108 x; (b) 216 x. _____	86

Figura 45. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M15 queimada a 950°C. (a) 108 x; (b) 216 x. _____	86
Figura 46. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 0% do lodo de ETE. _____	87
Figura 47. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 0% do lodo de ETE. _____	88
Figura 48. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 15% do lodo de ETE. _____	89
Figura 49. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 15% do lodo de ETE. _____	90
Figura 50. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 0; 2,5 e 15% do lodo de ETE. _____	91
Figura 51. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 0; 2,5 e 15% do lodo de ETE. _____	92

Lista de Tabelas

Tabela 1. Composição química da argila utilizada na pesquisa de Santos et al., 2002. _____	8
Tabela 2. Metais pesados presentes no lodo (ppm). _____	28
Tabela 3. Principais métodos de disposição em diferentes países (CHANG et al., 2001; GEYER, 2001). _____	29
Tabela 4. Composições estudadas por Díaz et al. (2013). _____	31
Tabela 5. Principais óxidos das diferentes matérias-primas usadas no trabalho de Díaz et al. (2013). _____	32
Tabela 6. Composição química do lodo de ETE/resíduo cerâmico. (NANDI et al., 2012). _____	34
Tabela 7. Resultados dos ensaios de lixiviação do lodo cerâmico. (NANDI et al., 2012). _____	36
Tabela 8. Resultados dos ensaios de solubilização do lodo cerâmico. (NANDI et al., 2012) _____	36
Tabela 9. Característica usual da argila "taguá" no estado de São Paulo (Vieira, 2001). _____	38
Tabela 10. Resultados finais (média e desvio padrão) dos corpos de prova com lodo adicionado (PIRES et al., 2011). _____	39
Tabela 11. Análise química (FRX e AA) das formulações de engobe usando lodo de ETE (% massa) (VELHO et al., 2011). _____	40
Tabela 12. Temperaturas características (dilatometria ótica) das formulações de engobe usando lodo de ETE (°C) (VELHO et al., 2011). _____	41
Tabela 13. Composição do engobe padrão e do engobe modificado (25% lodo) (VELHO et al., 2011). _____	42
Tabela 14. Resultado da análise granulométrica e matéria orgânica das amostras (TEIXEIRA et al., 2002). _____	43
Tabela 15. Resultados da Análise de Absorção Atômica (TEIXEIRA et al., 2002) AAS e valores limites para uso agrícola (mg/kg). _____	43
Tabela 16. Composição química do lodo de ETE estudada por alguns autores. ____	45
Tabela 17. pH do lodo de ETE no momento da coleta. _____	57
Tabela 18. pH do lodo de ETE após caleação realizada na UENF. _____	58
Tabela 19. Composição química do lodo de ETE (% em peso). _____	65

Tabela 20. Composição química da massa cerâmica (% em peso). _____	66
Tabela 21. Composição química (análise elementar do lodo de ETE). _____	67
Tabela 22. Limites de consistência de Atterberg da massa cerâmica (%). _____	74
Tabela 23. Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas (massa cerâmica x lodo de ETE) (%)._____	74

Resumo da dissertação apresentada ao CCT-UENF como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

INCORPORAÇÃO DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE)
DO MUNICÍPIO DE CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ EM CERÂMICA
VERMELHA

Isabela Oliveira Rangel Areias

01 de abril de 2015

Orientador: Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira

As estações de tratamento de esgoto são unidades industriais usadas para tratar o esgoto. Como uma consequência dos processos de tratamento, são gerados enormes volumes de lodo geralmente denominado de resíduo de estação de tratamento de esgoto (resíduo de ETE). No Brasil este resíduo tem sido na maioria das vezes disposto no meio ambiente de forma inadequada causando impacto ambiental. Este trabalho teve por objetivo avaliar a incorporação de resíduo de estação de tratamento de esgoto na produção de cerâmica vermelha. As matérias-primas utilizadas foram: massa cerâmica e resíduo de ETE proveniente da região de Campos dos Goytacazes - RJ. As matérias-primas foram caracterizadas por difração de raios X, composição química, análise térmica, análise granulométrica, análise morfológica e plasticidade. Foram feitos no resíduo de ETE análise microbiológica e teste bioquímico para averiguar possível presença de microorganismos patogênicos. Quatro misturas de massa cerâmica 0; 2,5; 10 e 15% em peso de resíduo de ETE em substituição à massa cerâmica foram preparadas. Os corpos de prova foram confeccionados por prensagem uniaxial numa prensa hidráulica a 20MPa e com teor de umidade de 8%. Em seguida os corpos de prova foram colocados em estufa de laboratório à 110°C até massa constante. Os corpos de prova foram caracterizados em termos de absorção de água, massa específica e resistência à flexão. Os resultados experimentais indicaram que é possível o uso deste resíduo em cerâmica vermelha, incorporando em torno de 2,5% em peso de resíduo de ETE nos corpos de prova; neste teor incorporado não houve alteração significativa das propriedades tecnológicas.

Palavras-chave: resíduo de ETE, reciclagem, cerâmica vermelha.

Abstract of dissertation presented to CCT-UENF as part of the requirements for obtaining the Master Degree in Materials Engineering and Science.

INCORPORATION OF SLUDGE OF THE SEWAGE TREATMENT STATION (STS)
OF THE MUNICIPALITY OF CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ ON RED
CERAMIC

Isabela Oliveira Rangel Areias

April 1st, 2015

Advisor: Prof. Carlos Mauricio Fontes Vieira

The sewage treatment stations are industrial units used to treat sewage. As a consequence of the treatment processes, huge volumes of sludge are generated, which are usually called waste of (STS waste). In Brazil, this residue has been most often arranged in the environment improperly causing environmental impact. This study aimed to assess the incorporation of sewage treatment station waste in the production of red ceramic. The raw materials used were ceramic body and STS waste from Campos dos Goytacazes - RJ. The raw materials were characterized by X-ray diffraction, chemical composition, thermal analysis, particle size analysis, morphological analysis and plasticity. They were made in STS waste microbiological analysis and biochemical test to ascertain the possible presence of pathogenic microorganisms. Four mixtures ceramic mass 0; 2.5; 10 and 15% by weight STS waste replacing the ceramic mass were prepared. The specimens were prepared by uniaxial pressing in a hydraulic press at 20MPa and with 8% moisture content. Then the specimens were placed in a laboratory furnace at 110°C to constant weight. The samples were characterized in terms of water absorption, density and flexural strength. The experimental results indicated that the use of this waste is possible in red ceramic, incorporating up to 2.5% in STS waste weight in specimens; there was no significant change in the technological properties in this embedded content.

Keywords: STS waste, recycling, red ceramic.

Capítulo 1. Introdução

O crescimento populacional, urbanização e industrialização proporcionaram a modernização da sociedade, gerando grandes quantidades de resíduos sólidos, restos de produção e de consumo. Um dilema contemporâneo dos resíduos sólidos está relacionado com o aumento da sua geração, coleta e transporte, tratamento e disposição final, de forma a minimizar os impactos ambientais. Esse dilema tem consumido recursos humanos, tecnológicos e financeiros (FRÉSCA, 2007). Um exemplo disto é a possível redução de riscos de poluição ao meio ambiente provocada pelo tratamento dado ao esgoto residencial coletado nas redes de saneamento, o qual é encaminhado para as Estações de Tratamento de Esgoto (ETE).

Nesse processo é gerado um resíduo, rico em matéria orgânica e nutrientes, identificado como lodo de esgoto ou lodo de ETE, que merece destaque diante do grande volume de massa gerado (COSTA *et al.*, 2008). O lodo de esgoto tem um alto potencial de riscos à saúde pública, ao ambiente e à proliferação de vetores de moléstias e organismos nocivos (Resolução CONAMA 375, 2006). O lodo de ETE gera uma grande quantidade de resíduo devido a restos metabólicos do homem que não se desintegram com o tratamento (BETTIOL *et al.*, 2006). A característica do lodo de ETE é resultante do tratamento a que é submetido que pode ser químico, físico e/ou biológico (JIN *et al.*, 2003).

A causa para o aumento da produção de resíduos sólidos gerados pelo homem e dos danos provocados ao meio ambiente está na falta de políticas gerenciais, tecnologias de reuso e educação ambiental que levem a disposição adequada dos mesmos (ARAÚJO *et al.*, 2010). Em países da Europa e da América do Norte, o lodo de tratamento de esgoto geralmente é incinerado e depositado em aterros sanitários ou utilizado em áreas agrícolas. No Brasil, é comum o lodo de ETE ser descartado em lixões a céu aberto ou em aterros sanitários. Trabalhos vêm sendo feitos para modificar esta situação a partir de ações preventivas de redução e reciclagem.

A reciclagem destes materiais é de grande interesse para as indústrias, principalmente devido às exigências dos órgãos ambientais. Uma das práticas estudadas para destinação correta destes resíduos tem sido a utilização em materiais da construção civil, como blocos de vedação e telhas à base de argilas. A variabilidade natural das características das argilas associada a técnicas de

processamento relativamente simples e ainda a baixa performance exigida para os produtos permitem a presença de níveis de impurezas relativamente elevados; com isso, pode-se incorporar outros tipos de materiais resultantes das mais diversas fontes de geração (DONDI *et al.*, 1997).

No município de Campos dos Goytacazes a coleta e o tratamento de esgoto é realizado pela Concessionária Águas do Paraíba S.A. (CAP). A CAP tem seis Estações de Tratamento de Esgoto (ETEs) responsáveis por cerca de 70-80% da coleta do esgoto gerado no município. A primeira estação inaugurada na cidade foi a ETE Chatuba em 2004, uma das mais modernas do país, que garante uma retirada de 97% das impurezas do esgoto, devolvendo à natureza água limpa e sem contaminantes. Além disso, o sistema de esgoto de Águas do Paraíba conta com a ETE's: Guarus, Codin, Imperial, Donana e Paraíba (CAP, 2013).

O resíduo de ETE aqui estudado foi disponibilizado pela Estação de Tratamento de Esgoto ETE Chatuba, onde esta ETE trata um volume médio mensal de 1450L/s. O lodo gerado mensalmente somando de todas as ETE's da cidade de Campos dos Goytacazes é de aproximadamente 160ton.

A indústria cerâmica tem se destacado nos últimos anos como uma alternativa promissora para o destino de grandes quantidades de resíduos sólidos poluentes (SOUZA *et al.*, 2005), de diversos tipos e origens, quando comparado aos métodos tradicionais. Resultados da incorporação do lodo de ETE à cerâmica vermelha vêm apontando ser uma alternativa eficiente e definitiva porque o processo de vitrificação utilizado torna inerte os contaminantes presentes no resíduo, evitando a lixiviação destes para o meio ambiente (ARAÚJO, 2008).

Capítulo 2. Objetivos

2.1. Objetivo geral

O objetivo geral desta dissertação foi avaliar a incorporação de lodo de ETE no desenvolvimento de cerâmica vermelha, visando o aproveitamento do resíduo, bem como a melhoria das propriedades tecnológicas e corrigir a plasticidade das argilas de Campos dos Goytacazes.

2.2. Objetivos específicos

- Caracterizar as matérias-primas quanto às propriedades físicas, químicas, mineralógicas e morfológicas;
- Identificar a quantidade adequada do lodo de ETE a ser incorporado em função da plasticidade da massa argilosa bem como das propriedades físicas e mecânicas, absorção de água e tensão de ruptura à flexão, da cerâmica queimada;
- Determinar a melhor temperatura de queima para a produção da cerâmica;
- Correlacionar a microestrutura das cerâmicas queimadas com as propriedades físicas e mecânicas obtidas.

Capítulo 3. Justificativas

O tema abordado nesta dissertação tem grande importância devido à preocupação com a destinação do lodo de ETE e a aplicação deste resíduo em materiais cerâmicos possibilitando dar um destino ambientalmente correto para esse resíduo. Além disso, devido ao elevado teor de matéria orgânica presente neste tipo de resíduo, a reação exotérmica devido à combustão do lodo de ETE durante a etapa de queima da cerâmica pode acarretar uma significativa economia de combustível, trazendo benefícios econômicos para o setor.

O desenvolvimento deste trabalho buscou melhorar a qualidade da cerâmica de Campos dos Goytacazes com a utilização do lodo de ETE, um resíduo extremamente nocivo ao meio ambiente e à saúde humana, além de se apresentar como uma proposta sustentável de disposição final.

Há vantagens quanto à incorporação de resíduos em cerâmica vermelha, são estas:

- Aproveitamento do resíduo como um subproduto com possibilidade de inertização de elementos perigosos;
- Economia de argila, um recurso natural não renovável;
- Possibilidade de melhoria no processamento e na qualidade do produto final, bem como economia energética.

Capítulo 4. Revisão Bibliográfica

4.1. Argila

Argila é uma rocha finamente dividida, constituída essencialmente por argilominerais, matéria orgânica, impurezas, pode conter minerais que não são argilominerais (calcita, dolomita, gipsita, quartzo, aluminita, pirita e outros); é um material natural, terroso, de granulometria fina, que geralmente adquire plasticidade quando misturado com água, mas há uma controvérsia nesta definição pois alguns materiais argilosos ou de argilas não satisfazem a todas as especificações, como o caso das argilas do tipo *flint-clay* que são argilas que não apresentam plasticidade quando misturadas com água. Geralmente, os materiais presentes nas argilas além dos argilominerais são: sílica livre, carbonatos, feldspatos, compostos de ferro e titânio, sais solúveis, matéria orgânica e resíduos carbonosos, (VERDUCH, 1995; BARBA *et al.*, 1997; OLIVEIRA *et al.*, 2000).

Segundo Alexandre (1997), o termo argila é dado a uma faixa de partículas de solo, onde suas dimensões se encontram numa faixa específica de valores. A granulometria “fração argila” está especificada dentro de uma faixa de valores onde sua unidade é μm (micrometro), as escalas de classificação das partículas das argilas variam: menores que $2\mu\text{m}$ à menores que $5\mu\text{m}$, como por exemplo: ABNT: argilas são partículas menores que $5\mu\text{m}$. Na geologia, geralmente segue a escala de WENTWORTH (1922) onde a “fração argila” é definido como aquela cujo diâmetro inferior é $4\mu\text{m}$. A fração fina e plástica de uma argila é devido à presença de argilominerais, sendo estes essenciais para possibilitar a aglutinação dos materiais e resistência mecânica.

Como já dito, a fração argila é constituída principalmente por argilominerais, geralmente de dimensões reduzidas (inferior a $2\mu\text{m}$). Estes minerais são silicatos de alumínio hidratados, podendo conter ferro, metais alcalinos e alcalinos terrosos, entre outros elementos. Os argilominerais estão contidos nas frações mais finas dos solos e sedimentos, apresentam propriedades como: plasticidade, absorção, hidratação, troca iônica, endurecimento acentuado quando seco ou aquecido a altas temperaturas, entre outras.

A caracterização de uma argila pode ser feita em distintos estados como: bruto, natural (úmida ou após secagem), entre outros. É por isso que a amostra de

uma argila a ser caracterizada deve ser bem descrita quanto ao tratamento prévio recebido, isso pode até fazer parte da especificação. Visando o uso tecnológico, caracterizar uma argila é conhecer a variabilidade de suas propriedades, o que não é um problema simples, pois não somente necessita de emprego de técnicas comuns (como medir propriedades físico-mecânicas), mas também necessita de técnicas trabalhosas (como análise química, e troca de cátions) e até de técnicas mais sofisticadas como microscopia eletrônica de transmissão (para determinar a morfologia das partículas individualizadas de argilominerais) ou microscopia eletrônica de varredura (para determinar a textura de agregados naturais dos argilominerais antes ou após um tratamento industrial, como prensagem, por exemplo).

Sendo assim, caracterizar uma argila preliminarmente para fins tecnológicos significa medir e/ou determinar experimentalmente propriedades como: textura, composição mineralógica, íons trocáveis (como capacidade de troca de cátions de argilominerais e da matéria orgânica presente ou outros componentes, se houver) entre outros.

4.1.1. Argilas de Campos dos Goytacazes

Campos é o maior município do Estado do Rio de Janeiro, fica a 280 km da capital Rio de Janeiro, ocupa no Norte Fluminense uma área de 4.027 km² e possui uma população aproximada de 463.000 habitantes (IBGE, 2012). A área de concentração das jazidas de argilas encontra-se à margem direita do Rio Paraíba do Sul, ao longo da estrada RJ-16 que liga Campos ao Farol de São Tomé, no litoral, próximo ao Cabo de São Tomé. A sua maior concentração é próxima aos vilarejos de São Sebastião, Poço Gordo e do Mosteiro de São Bento.

As indústrias cerâmicas de Campos dos Goytacazes utilizam argilas da própria região, pois demonstram ser bastante propícia à confecção de produtos de cerâmica vermelha/estrutural (Ramos *et al.*, 2006).

As argilas de Campos dos Goytacazes podem ser agrupadas em dois tipos: sedimentos marinhos e fluvio-lacustres. Os sedimentos marinhos são constituídos quase que exclusivamente de areias quartzosas litorâneas de coloração amarelada e acinzentada. Já os sedimentos fluvio-lacustre apresentam uma litologia (natureza mineral das rochas que constituem a formação geológica) diversa, conforme a origem fluvial ou lacustre.

Os sedimentos fluviais são constituídos por argilas e siltes, micáceos, de coloração acinzentada e areias quartzosas de coloração branco-amareladas. Os sedimentos de origem lacustre são depositados em ambientes de água doce e pouco salobra, formados pelos depósitos de lagos e lagoas.

O sedimento característico é uma argila plástica de coloração cinza-negra, com alto conteúdo de matéria orgânica. Pode-se ainda associar a depósitos de diatomita, e de pântanos e brejos, onde o sedimento característico é a turfa (material predominantemente orgânico de cor negra) (PROGIR, 1984).

Faz parte deste conjunto os sedimentos depositados em ambientes de água salobra, bastante plásticos e vasa orgânica, material de cor negra, consistência de geléia e formado predominantemente de matéria orgânica coloidal. Com isso, em razão de suas características geológicas, as matérias primas argilosas da região de Campos podem apresentar características bem diferentes uma das outras (Vieira, 2001).

As argilas da região se caracterizam por conter o argilomineral predominante a caulinita, tendo presença também de quartzo, mica, anfibólicos, zircão, gibsita, goetita e cordierita conforme descrito em estudos sobre a caracterização desta matéria-prima (ALEXANDRE, 2000; VIEIRA, 2001; ALEXANDRE, 1997 e 2000) ao estudar tais características constatou que a maioria das argilas estudadas são classificadas de inorgânicas de elevada plasticidade, com teor de matéria orgânica inferior a 1%.

Ainda sobre as principais características desta matéria prima, apresentam: elevada perda ao fogo, baixo percentual em peso de óxidos fundentes (K_2O , MgO) e elevado teor de óxido corante (Fe_2O_3) que confere cor de queima avermelhada. Estas argilas apresentam baixo percentual relativo de sílica e elevado percentual relativo de Al_2O_3 , que tende a aumentar a refratariedade da massa (VIEIRA *et al.*, 2000; VIEIRA *et al.*, 2005, MONTEIRO & VIEIRA, 2004, MONTEIRO & VIEIRA, 2005, VIEIRA & EMILIANO, 2005).

Santos *et al.*, (2002) estudaram a caracterização de massas argilosas contendo resíduo proveniente do setor petrolífero e sua utilização em cerâmica estrutural, as matérias-primas utilizadas são provenientes da região de Campos dos Goytacazes-RJ, os autores verificaram também a presença de tais minerais citados anteriormente onde caracterizaram a composição química (Tabela 1) e difratograma de raios x (Figura 1), os autores utilizaram argila vermelha e borra de petróleo

encapsulada. Esta argila normalmente é utilizada pelas Cerâmicas para fabricação de tijolos. Já a borra de petróleo encapsulada é oriunda da Bacia de Campos-RJ e foi fornecida pela Petrobras.

Tabela 1. Composição química da argila utilizada na pesquisa de Santos et al., 2002.

Compostos	% em Peso
SiO ₂	42,73
Al ₂ O ₃	32,40
Fe ₂ O ₃	8,61
TiO ₂	1,32
MnO	0,03
MgO	0,77
CaO	0,11
K ₂ O	1,24
Na ₂ O	0,32
PF	12,47

PF = perda ao fogo

A Figura 1 mostra os difratogramas de raios X para as massas argilosas do estudo de Santos *et al.* (2002) contendo teores variados de borra de petróleo encapsulada. Nesta Figura 1 observa-se os picos característicos dos argilominerais e dos minerais acessórios presentes nas amostras. O argilomineral predominante, para todas as amostras estudadas, é a caulinita, sendo os seus picos apresentados de forma bem definida. Além da caulinita, é possível detectar picos característicos dos minerais ilita/mica, quartzo e gipsita. Nos difratogramas há indícios também da presença de sulfato de bário, feldspato potássico e goetita, sendo que a baixa intensidade dos picos torna pouco precisa a identificação dos mesmos. O sulfato de bário é proveniente da borra de petróleo encapsulada.

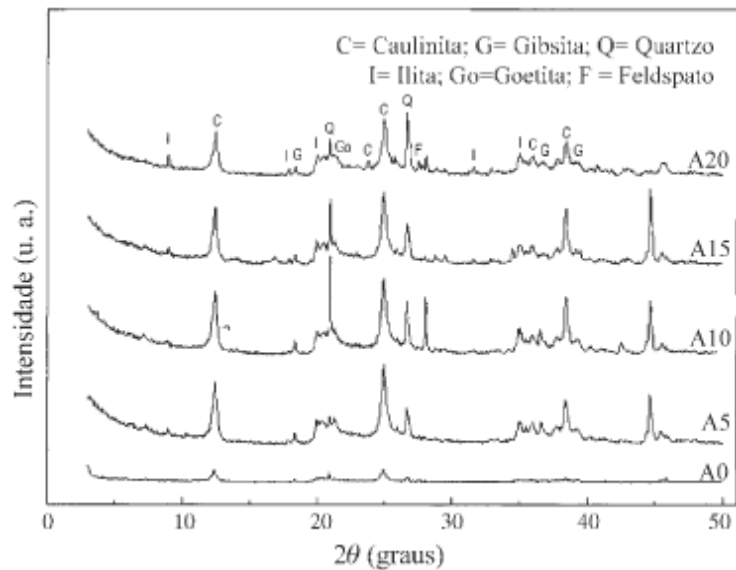


Figura 1. Difrátogramas de raios X das massas estudadas por Santos *et al.* (2002).

4.2. Cerâmica

O termo cerâmica antigamente era utilizado para se referir somente a arte ou técnica de produção de artefatos de argila. Atualmente cerâmica pode ser definida num sentido mais amplo onde se pode incluir produtos fabricados a partir de: óxidos metálicos, carbetos, nitretos ou compostos de tais materiais, entre outros. A etimologia do termo cerâmica mostra que ela é derivada de “keramos”, de origem grega, que significa “coisa queimada”, o conceito fundamental contido neste termo era a origem de um produto obtido através da ação da queima em materiais terrosos.

De acordo com a Associação Brasileira de Cerâmica (ABC, 2014), Cerâmica compreende todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

Segundo a Associação Americana de Cerâmica, a definição mais aceita é: “cerâmicas são materiais inorgânicos, não metálicos, cuja produção e/ou aplicação envolve tratamento térmico. Geralmente são duros, mas frágeis, tem ponto de fusão elevado e são isolantes elétricos”.

4.2.1. Cerâmica Vermelha

O termo “cerâmico” é originado do termo kerameikos, que no grego significa “matéria prima queimada” ou “feito de terra”. Os materiais que formam os cerâmicos tradicionais são as argilas devido suas características apresentar plasticidade, resistência mecânica após queima adequada para uma série de aplicações,

possibilitar a aplicação de técnicas de processamento simples, e também pela sua disponibilidade em grandes quantidades (VIEIRA *et al.*, 2000). Quimicamente as argilas são formadas essencialmente por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio (argilominerais), podendo conter ainda certos teores de alcalinos e alcalinos terrosos (SOUZA SANTOS, 1989).

Podem se classificar os materiais em dois grupos, sendo eles: cerâmicos tradicionais e cerâmicos técnicos. Os cerâmicos tradicionais utilizam como matéria prima argila, sílica e feldspato. Os cerâmicos técnicos são compostos por materiais puros ou quase puros.

A cerâmica tradicional conhecida como cerâmica vermelha, cerâmica branca e cerâmica de revestimentos, classifica-se como cerâmicas silicáticas mediante os constituintes de sua massa e emprego de seus produtos entre outras características.

Alguns materiais são constituídos exclusivamente por matérias-primas naturais como: argila, caulins, cromita, feldspato, magnesita, quartzitos, talcos e outras. Já outros materiais cerâmicos podem apresentar em sua constituição algumas matérias-primas sintéticas como: carbetto de silício (SiC), coríndon (Al_2O_3), Tintanato de bário ($BaTiO_3$), entre outros (JORDÃO, 1988).

Os cerâmicos são considerados duros porém frágeis, com pouca tenacidade e ductilidade, têm temperaturas de fusão relativamente altas e grande estabilidade química em muitos ambientes hostis em razão das suas fortes ligações químicas.

O setor cerâmico é amplo e heterogêneo o que induz a dividi-lo em sub-setores ou segmentos em função de diversos fatores como matérias-primas, propriedades e áreas de utilização.

4.2.2. Polo Cerâmico na Região de Campos dos Goytacazes

O município de Campos dos Goytacazes - RJ localiza-se na região norte do estado do Rio de Janeiro, com $4.027km^2$ de extensão, caracteriza-se pela abundância de reserva de materiais argilosos por isso é um local de grande potencial da atividade industrial de cerâmica vermelha. Geograficamente, se situa num raio de 350 km de grandes centros consumidores como Rio de Janeiro – RJ, Grande Rio, Vitória – ES e Grande Vitória, além de algumas regiões de Minas e São Paulo, tornando os produtos viáveis do ponto de vista da logística de transportes.

Nesta região foi motivado o desenvolvimento de um pólo de cerâmica vermelha devidoapresentar grande reserva de argilas, além de alguns fatores

favoráveis como a disponibilidade de gás natural, a proximidade do segundo maior mercado consumidor do país e a facilidade de escoamento da produção, inclusive para o exterior (VIEIRA *et al.*, 2001).

No estado do Rio de Janeiro, a região de Campos dos Goytacazes, se destaca na área das indústrias cerâmicas pois geram cerca de R\$ 168 milhões por ano, com uma produção estimada de 75 milhões de peças por mês. O Polo de Campos é o segundo maior produtor de tijolos do Brasil, cuja produção é basicamente vendida para os mercados do Sul Fluminense, Grande Rio, Zona da Mata Mineira e Espírito Santo (RAMOS *et al.*, 2006).

A indústria de cerâmica vermelha tem papel importante na economia local. Esse pólo congrega mais de cem empresas produtoras as quais geram mensalmente milhões de peças, entre telhas, tijolos e lajotas, respondendo por aproximadamente três mil empregos diretos (RAMOS *et al.*, 2006).

4.3. Incorporação de Resíduos na Indústria de Cerâmica Vermelha

Diversas atividades humanas geram resíduos, sejam elas domésticas, hospitalar, industrial, e estes possuem várias características. Segundo Dondi *et al.* (1997), se torna possível a incorporação de diversos tipos de resíduos devido à composição variada das massas argilosas e de sua plasticidade, a fim de diminuir os rejeitos vindos de diferentes atividades, a incorporação de resíduos em cerâmica vermelha torna a destinação destes ambientalmente correto.

De acordo com as características dos resíduos os autores classificam quanto à incorporação às massas cerâmicas, são estes: resíduos combustíveis, resíduos cinzas volantes, resíduos fundentes e resíduos redutores de plasticidade e plastificantes. Abaixo serão apresentados sucintamente cada um.

Resíduos Combustíveis

Os resíduos combustíveis, geralmente possuem uma elevada quantidade de matéria orgânica que, quando queimados, provocam reações exotérmicas com liberação de calor para o processo, gerando uma economia de combustível de até 40%. Além de atribuir redução da retração e resistência mecânica e aumento da porosidade em agregados leves (DONDI *et al.*, 1997). Esta categoria inclui resíduos de rejeitos urbanos, de estações de tratamento de água, da indústria têxtil e de curtume, resíduos derivados da extração e refino de petróleo e indústria de madeira

e de papel. Uma desvantagem gerada pela incorporação de resíduos combustíveis é a liberação de gases, alguns podendo ser tóxicos, ocasionando um aumento da porosidade do material após o processo de queima.

Cinzas volantes

As cinzas são resíduos provenientes da queima de produtos com elevado teor de carbono, produzindo matéria inorgânica que não tem propriedades combustíveis. Exemplos são: a incineração de lixo urbano a fim de gerar energia e reduzir volume e massas desses resíduos, visando a economia de espaço e levar a desinfecção do aterro com a queima da matéria orgânica.

Resíduos Fundentes

Os resíduos fundentes são aqueles que diminuem o ponto de fusão das massas cerâmicas, representando um ganho energético de combustível para a queima destas massas, podendo também diminuir a porosidade do material, dentre os exemplos destes resíduos temos: rejeitos da indústria mecânica e metalúrgica, resíduo de vidros, linhas da esmaltação de revestimento cerâmicos.

Resíduos Redutores de Plasticidade e Plastificantes

Os resíduos redutores de plasticidade e plastificantes são materiais que quando adicionados às massas cerâmicas, provocam redução de sua plasticidade geral. A quantidade destes resíduos incorporados às massas cerâmicas podem variar muito, provocando mudanças nas propriedades mecânicas, retração linear e absorção de água. Exemplos destes são: resíduos das indústrias de mineração, resíduos de vidros e etc.

Uma nova classificação sobre a incorporação de diferentes tipos de resíduos sólidos em cerâmica vermelha foi sugerida por Vieira e Monteiro (2009) ao estudarem vários tipos de rejeitos industriais, são estes: resíduos combustíveis, resíduos fundentes e resíduos que afetam as propriedades cerâmicas. A seguir será discorrido cada um deles.

Resíduos Combustíveis

Aqueles que apresentam alto poder calorífico devido à elevada concentração de matéria orgânica. Essa categoria inclui resíduos da indústria de papel, lama de alto forno e resíduos derivados da extração e refino de petróleo.

Resíduos Fundentes

Aqueles que apresentam uma quantidade relativamente alta de metais alcalinos e alcalinos terrosos (K_2O e Na_2O) que em reação com a sílica e a alumina promovem a formação de fase líquida aumentando a densificação. Nessa categoria os autores incluem resíduo de cinzas, vidro e de serragem de rochas ornamentais.

Resíduos que Afetam as Propriedades Cerâmicas

Aqueles que interferem na absorção de água, resistência mecânica e retração linear. Os autores classificam como resíduos que afetam as propriedades cerâmicas os resíduos de mineração, lodo de estação de tratamento de água, cinzas e chamote.

O lodo de ETE, componente deste estudo, segundo Vieira e Monteiro (2009), pode ser classificado como resíduo que interfere nas propriedades cerâmicas e como resíduo combustível. Ao ser incorporado em cerâmica vermelha este resíduo pode diminuir a quantidade de água adicionada a massa cerâmica e com isto reduzir a retração de secagem melhorando a qualidade do produto final.

A geração dos resíduos é preocupante devido algumas indústrias fazer a disposição inadequada, não cumprindo a legislação. As pesquisas sobre incorporação de resíduos em materiais cerâmicos vêm se tornando cada vez mais frequente e é de interesse científico por apresentar vantagens. Além do mais a incorporação de resíduos em cerâmica vermelha pode minimizar os prováveis impactos causados ao ambiente se forem rejeitados inadequadamente.

4.4. Resíduos

No decorrer do processo produtivo, diversas atividades geram resíduos, emissões atmosféricas e efluentes devem receber tratamento adequado antes do descarte para o meio ambiente. Resíduos são porções que sobram de processos provenientes de atividades humanas, animal e de processos produtivos de procedências industriais, domésticos, e etc, como a matéria orgânica, lixo doméstico,

efluentes industriais e gases liberados por estes processos ou por motores. Quanto ao estado físico os resíduos podem ser líquidos, sólidos ou gasosos e terem níveis de periculosidade variados (SEBRAE, 2014).

Segundo Souza (2007), os resíduos industriais se definem como quaisquer materiais sólidos, pastosos ou líquidos, resultantes dos processos industriais de fabricação, transformação, utilização, consumo ou limpeza, cujo produtor ou consumidor destina-o ao abandono.

4.4.1. Resíduos sólidos

Resíduo é qualquer material no estado sólido e semi-sólido, que resulta de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição (NBR 10004, 2004). Também estão incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, bem como aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição. Além disso, 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 à melhor tecnologia disponível (ABNT 10004:2004).

4.4.2. Classificação dos resíduos sólidos

Os resíduos sólidos são divididos em duas classes segundo a norma técnica NBR ABNT 10004 (2004): Classe I - perigosos e Classe II não perigosos que são divididos em classe II A e Classe II B sendo respectivamente não inertes e inertes.

- **Classe I: Perigosos**

Os resíduos perigosos são aqueles cujo manuseio inadequado pode causar sérios danos à saúde pública e/ou ao ambiente, em virtude de serem inflamáveis, reativos, corrosivos, tóxicos ou patogênicos.

Os resíduos perigosos são todos aqueles que apresentam periculosidade ou características como:

- **Corrosividade:** atacam materiais e organismos vivos devido a suas características ácidas ou básicas intensas;
- **Reatividade:** reagem com outras substâncias, podendo liberar calor e energia;

- Toxicidade: agem sobre os organismos vivos, causando danos a suas estruturas biomoleculares;
- Inflamabilidade: podem entrar em combustão facilmente ou até de forma espontânea;
- Patogenicidade: apresentam características biológicas infecciosas, contendo microorganismos ou suas toxinas.

O resíduo que apresentar pelo menos uma das cinco características acima descritas será classificado como resíduo perigoso e deverá ser tratado ou disposto em obediência a condições especiais.

- **Classe II:** Não perigosos

Classe II A: não inertes

Os resíduos classificados como Classe II A são aqueles que são biodegradáveis, combustíveis e solúveis em água.

Classe II B: inertes

São classificados como resíduos inertes aqueles que não apresentam atividade, não reagem e são insolúveis em água. Caso o resíduo não esteja enquadrado em nenhuma das características anteriores, devem ser realizados testes laboratoriais, para avaliar se os mesmos apresentam concentrações de substâncias, que conferem periculosidade ao resíduo. Para a realização dos ensaios devem ser consultadas as seguintes normas: ABNT 10005/2004, ABNT 10006/2004 e ABNT 10007/2004.

A Figura 2 estabelece o método de classificação e caracterização dos resíduos sólidos quanto ao risco ao meio ambiente e à saúde pública conforme a NBR ABNT 10004 (2004).

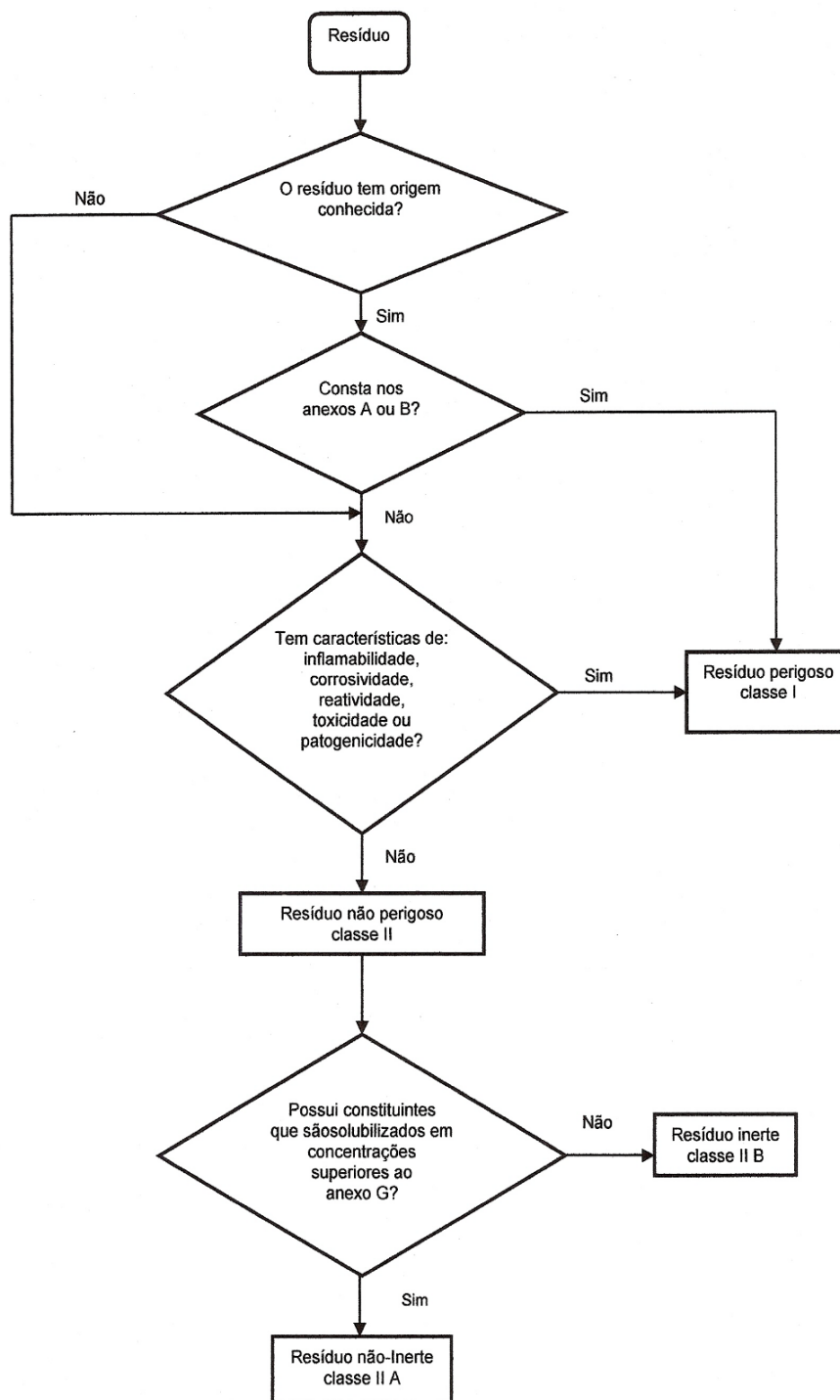


Figura 2. Classificação e caracterização de resíduos sólidos. Fonte: NBR ABNT 10004 (2004).

4.4.3. Classificação do resíduo de ETE

De acordo com a norma técnica NBR 10004 (ABNT, 2004), o resíduo de ETE na forma bruta é classificado como Classe I - perigoso devido apresentar características de periculosidade, conforme ilustrado na Figura 2.

Segundo Dondi *et al.* (1997), pode-se classificar os resíduos sólidos quanto sua incorporação na cerâmica vermelha, os autores classificam o resíduo de ETE como resíduo combustível. Ainda sobre incorporação de resíduos em cerâmica vermelha, Vieira e Monteiro (2009) classificam o lodo de ETE como resíduo combustível bem como resíduos que afetam as propriedades cerâmicas.

4.5. Esgoto

A água é um recurso necessário a todos os aspectos da vida e ao desenvolvimento das atividades humanas. As diversas utilizações da água resultam em esgoto, seja ele de origem doméstica, hospitalar, industrial, entre outros. O esgoto doméstico contém cerca de 99% de água, sendo comum a presença de microorganismos patogênicos, responsáveis por algumas doenças de veiculação hídrica.

Esgoto são as águas que, após a utilização humana, mostram as suas características naturais alteradas, em diferentes usos: industrial, doméstico, entre outros. Essas águas apresentarão características diferentes e que alteram seu grau de pureza, são retratadas tais características abaixo:

- Características físicas - As impurezas enfocadas do ponto de vista físico estão associadas, em sua maior parte, aos sólidos presentes na água. Estes sólidos podem ser em suspensão, coloidais ou dissolvidos, dependendo do seu tamanho.
- Características químicas - As características químicas de uma água podem ser interpretadas através de uma das duas classificações: matéria orgânica ou inorgânica.
- Características biológicas - Os seres presentes na água podem ser vivos ou mortos. Dentre os seres vivos, são os pertencentes aos reinos animal e vegetal, além dos protistas. A Figura 3 expressa de forma diagramática estas inter-relações.

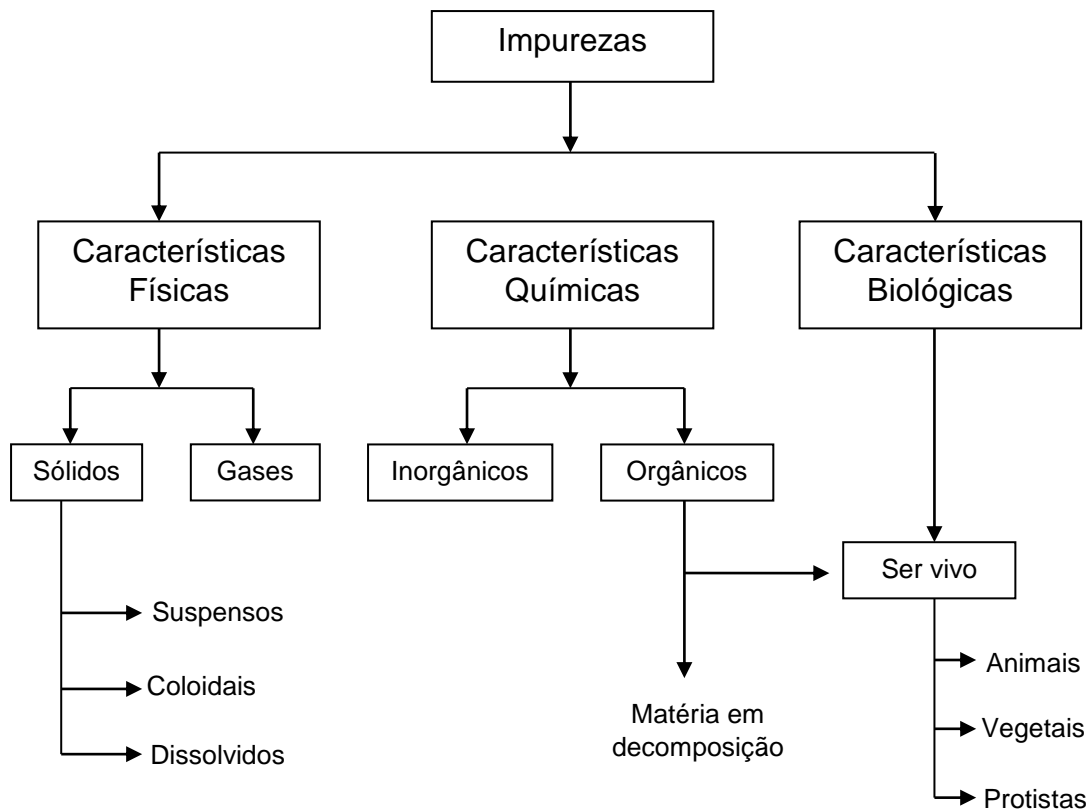


Figura 3. Impurezas contidas na água (adaptado de Barnes *et al.*, 1981).

Segundo a norma brasileira NBR ABNT 9648 (1986) esgoto sanitário é o despejo líquido constituído de esgotos doméstico e industrial, água de infiltração e a contribuição pluvial parasitária. Esta mesma norma ainda define:

- Esgoto doméstico é o despejo líquido resultante do uso da água para higiene e necessidades fisiológicas humanas;
- Esgoto industrial é o despejo líquido resultantes dos processos industriais, respeitados os padrões de lançamento estabelecidos;
- Água de infiltração é toda água proveniente do subsolo, indesejável ao sistema separador e que penetra nas canalizações;
- Contribuição pluvial parasitária é a parcela do deflúvio superficial inevitavelmente absorvida pela rede de esgoto sanitário.

Estas definições estabelecem a origem do esgoto sanitário. Este resíduo líquido necessita de tratamento adequado para que as impurezas sejam extraídas e possam ser devolvidos à natureza sem causar danos ambientais e à saúde humana.

Geralmente, a própria natureza possui a capacidade de decompor a matéria orgânica presente nos rios, lagos e mar. Todavia, no caso dos efluentes essa matéria em grande quantidade exige um tratamento mais eficaz em uma estação de

tratamento de esgoto que basicamente reproduz a ação da natureza de maneira mais rápida (SPERLING, 1995).

4.5.1. Estação de Tratamento de Esgoto (ETE)

ETE é o conjunto de técnicas associadas a unidades de tratamento, equipamentos, órgãos auxiliares (canais, caixas, vertedores, tubulações) e sistemas de utilidades (água potável, combate a incêndio, distribuição de energia, drenagem pluvial), cuja finalidade é reduzir cargas poluidoras do esgoto sanitário e condicionamento da matéria residual resultante do tratamento.

Os métodos de tratamento são divididos em operações e processos unitários, a integração destes compõem os sistemas de tratamento. A operação e processo unitário as vezes é utilizado intercambiadamente pelo fato dos mesmos poderem ocorrer simultaneamente numa mesma unidade de tratamento. Segundo Metcalf & Eddy (1991), pode -se adotar as seguintes definições:

- Operações físicas unitárias - Métodos de tratamento no qual predomina a aplicação de forças físicas (ex: gradeamento, mistura, floculação, sedimentação, flotação, filtração).
- Processos químicos unitários - Métodos de tratamento nos quais a remoção ou conversão de contaminantes ocorre pela adição de produtos químicos ou devido a reações químicas (ex: precipitação, adsorção, desinfecção).
- Processos biológicos unitários - Métodos de tratamento nos quais a remoção de contaminantes ocorre por meio de atividade biológica (ex: remoção da matéria orgânica carbonácea, desnitrificação).

Nas unidades de tratamento, são realizadas diversas operações e processos unitários que promovem a separação entre os poluentes em suspensão e dissolvidos e a água a ser descarregada no corpo receptor, bem como o condicionamento dos resíduos retidos.

A finalidade da ETE é remover os poluentes do esgoto, os quais podem causar uma degradação da qualidade dos cursos d'água. Um sistema de esgotamento sanitário só pode ser considerado completo se incluir a etapa de tratamento, neste processo há uma preocupação com a saúde da população e com a preservação do meio ambiente.

Após o tratamento, o esgoto pode ser lançado ao corpo d'água receptor ou, eventualmente, aplicados no solo. Em ambos os casos, devem se levar em conta os

poluentes eventualmente ainda presentes no esgoto tratado, especialmente organismos patogênicos e metais pesados.

O tratamento de esgoto pode variar muito dependendo do tipo de efluente tratado e da classificação do corpo de água que irá receber esse efluente, (Resolução CONAMA 20/1986). Quanto ao tipo, o esgoto industrial costuma ser mais difícil e caro de se tratar devido à grande quantidade de produtos químicos presentes. Quanto à classificação, o efluente deve ser devolvido ao rio, tão limpo ou mais limpo do que ele próprio, de forma que não altere suas características físicas, químicas e biológicas. Em alguns casos, por exemplo, quando a bacia hidrográfica está classificada de classe especial, nenhum tipo de efluente pode ser jogado ali, mesmo que tratado. Isso porque esse tipo de classe se refere aos corpos de água usados para abastecimento.

O tratamento pode atingir distintos níveis denominados tecnicamente de tratamento preliminar, primário, secundário ou terciário (apenas eventualmente). Nível de tratamento (Quadro 1) e eficiência do tratamento é a remoção dos poluentes no tratamento, de forma a adequar o lançamento a uma qualidade desejada ou ao padrão de qualidade vigente.

O tratamento preliminar objetiva apenas a remoção dos sólidos grosseiros, enquanto o tratamento primário visa à remoção de sólidos sedimentáveis e parte da matéria orgânica. Ambos predominam os mecanismos físicos de remoção de poluentes. No tratamento secundário o objetivo principal é a remoção de matéria orgânica e eventualmente nutrientes (nitrogênio e fósforo), neste tratamento predominam os mecanismos biológicos. O tratamento terciário objetiva a remoção de poluentes específicos (geralmente tóxicos ou compostos não biodegradáveis) ou ainda a remoção complementar de poluentes não suficientemente removidos no tratamento secundário. Esses níveis de tratamento serão expressos, de uma maneira ampla e simplificada a seguir.

Quadro 1. Níveis do tratamento do esgoto.

Nível	Remoção
Preliminar	- Sólidos em suspensão grosseiros (materiais de maiores dimensões e areia)
Primário	- Sólidos em suspensão sedimentáveis - DBO em suspensão (matéria orgânica componente dos sólidos em suspensão sedimentáveis)
Secundário	- DBO em suspensão (matéria orgânica em suspensão fina, não removida no tratamento primário) - DBO solúvel (matéria orgânica na forma de sólidos dissolvidos)
Terciário	- Nutrientes - Patogênicos - Compostos não biodegradáveis - Metais pesados - Sólidos inorgânicos dissolvidos - Sólidos em suspensão remanescentes

Nota: a remoção de nutrientes (por processos biológicos) e de patogênicos pode ser considerada como integrante do tratamento secundário, dependendo da concepção de tratamento local. Fonte: Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos. (SPERLING, 1996).

4.5.1.1. Tratamento preliminar

O tratamento preliminar destina-se principalmente a remoção de:

- Sólidos grosseiros
- Areia.

Os mecanismos básicos de remoção são de ordem física, como peneiramento e sedimentação. Além das unidades de remoção dos sólidos grosseiros, inclui-se

também uma unidade para a medição da vazão. Normalmente esta é constituída por uma calha de dimensões padronizadas (ex: calha Parshall), onde o valor medido do nível do líquido pode ser correlacionado com a vazão. Pode-se adotar também vertedores retangulares ou triangulares e mecanismos para a medição em tubulações fechada.

A remoção dos sólidos grosseiros é feita frequentemente por meio de grades mas pode-se usar também peneiras rotativas ou trituradores. No gradeamento o material de dimensões maiores do que o espaçamento entre as barras é retido. Há grades grossas, médias e finas, dependendo do espaço livre entre as barras. A remoção do material retido pode ser manual ou mecanizada (SPERLING, 1995).

As principais finalidades da remoção dos sólidos grosseiros são:

- Proteção dos dispositivos de transporte dos esgotos (bombas e tubulações);
- Proteção das unidades de tratamento subsequentes;
- Proteção dos corpos receptores.

A remoção da areia contida nos esgotos é feita através de unidades especiais denominadas desarenadores. O mecanismo de remoção da areia é simplesmente o de sedimentação: os grãos de areia, devido às suas maiores dimensões e densidade, vão para o fundo do tanque, enquanto a matéria orgânica, sendo de sedimentação bem mais lenta, permanece em suspensão, seguindo para as unidades de jusante.

Existe uma diversidade de processos para a retirada e o transporte da areia sedimentada, desde os manuais até os completamente mecanizados. As finalidades básicas da remoção de areia são:

- Evitar abrasão nos equipamentos e tubulações;
- Eliminar ou reduzir a possibilidade de obstrução em tubulações, tanques, orifícios, sifões etc;
- Facilitar o transporte líquido, principalmente a transferência de lodo, em suas diversas fases.

4.5.1.2. Tratamento primário

O tratamento primário destina-se a remoção de:

- Sólidos em suspensão sedimentáveis
- Sólidos flutuantes.

Os esgotos, após passarem pelas unidades de tratamento preliminar, contém ainda os sólidos em suspensão não grosseiros, os quais podem ser parcialmente removidos em unidades de sedimentação. Uma parte significativa destes sólidos em suspensão é compreendida pela matéria orgânica em suspensão. Assim, a sua remoção por processos simples como a sedimentação implica na redução da carga de DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio) dirigida ao tratamento secundário, onde a sua remoção é de certa forma mais custosa.

Os tanques de decantação podem ser circulares ou retangulares. Os esgotos fluem vagarosamente através dos decantadores, permitindo a que os sólidos em suspensão, possuindo uma densidade maior do que a do líquido circundante, sedimentem gradualmente no fundo. Essa massa de sólidos é denominada lodo primário bruto.

Em estações de tratamento de esgotos, ela é retirada por meio de uma tubulação única em tanques de pequenas dimensões ou através de raspadores mecânicos e bombas em tanques maiores. Materiais flutuantes, como graxas e óleos, tendo uma menor densidade que o líquido circundante, sobem para a superfície dos decantadores, onde são coletados e removidos do tanque para posterior tratamento.

As fossas sépticas são também uma fonte de tratamento a nível primário. As fossas sépticas e suas variantes, com o os tanques Imhoff, são basicamente decantadores, onde os sólidos sedimentáveis são removidos para o fundo, permanecendo nestes um tempo longo o suficiente (alguns meses) para a sua estabilização. Esta estabilização se dá em condições anaeróbias (SPERLING, 1995).

4.5.1.3. Tratamento secundário

O principal objetivo do tratamento secundário é a remoção da matéria orgânica. Estas se apresentam nas seguintes formas:

- matéria orgânica dissolvida (DBO solúvel), a qual não é removida por processos físicos, como o de sedimentação, que ocorre no tratamento primário;
- matéria orgânica em suspensão (DBO suspensa ou particulada), a qual é em grande parte removida no tratamento primário, mas cujos sólidos de decantabilidade mais lenta persistem na massa líquida.

Os processos de tratamento secundário são concebidos de forma acelerar os mecanismos de degradação que ocorrem naturalmente nos corpos receptores. Assim, a decomposição dos poluentes orgânicos degradáveis é alcançada, em condições controladas, em intervalos de tempo menores do que nos sistemas naturais. A essência do tratamento secundário de esgotos domésticos é a inclusão de uma etapa biológica.

Enquanto nos tratamentos preliminar e primário predominam mecanismos físicos, no tratamento secundário a remoção da matéria orgânica é efetuada por reações bioquímicas, realizadas por microorganismos. Uma grande variedade de microorganismos toma parte no processo: bactérias, protozoários, fungos e etc. A base de todo processo biológico é o contato efetivo entre esses organismos e o material orgânico contido nos esgotos, de tal forma que esse possa ser utilizado como alimento pelos microorganismos.

Os microorganismos convertem a matéria orgânica em gás carbônico, água e material celular (crescimento e reprodução dos microorganismos). Essa decomposição biológica do material orgânico requer a presença de oxigênio como componente fundamental dos processos aeróbios, além da manutenção de outras condições ambientais favoráveis, como temperatura, ph, tempo de contato entre outros (SPERLING, 1995).

O tratamento secundário geralmente inclui unidades para o tratamento preliminar, mas pode ou não incluir as unidades para o tratamento primário. Existe uma grande variedade de métodos de tratamento a nível secundário, sendo que os mais comuns são: lagoas de estabilização e variantes, lodos ativados e variantes, filtro biológico e variantes, tratamento anaeróbio, disposição sobre o solo. Este último é um misto de tratamento e disposição final, mas é classificado como nível secundário devido a atuação de mecanismos biológicos e a sua elevada eficiência na remoção de poluentes.

4.5.1.4. Tratamento Terciário

O Tratamento terciário tem por objetivo reduzir as concentrações de Nitrogênio e Fósforo, geralmente é fundamentada em processos biológicos realizados em duas fases subsequentes denominadas nitrificação e desnitrificação. A remoção de fósforo pode ser efetuada através de tratamento químico, com sulfato de alumínio, por exemplo.

Na nitrificação, o nitrogênio é levado a forma de nitrato e posteriormente, na desnitrificação, é levado à produção de N_2 principalmente, que é volatizado para o ar. O tratamento terciário também produz lodo que deve ser adensado, digerido, secado e disposto corretamente. Em essência, as operações e os processos descritos destinam-se a remoção de sólidos em suspensão e da carga orgânica, para completar o tratamento é necessário a remoção de organismos patogênicos (SPERLING, 1995).

4.5.2. Lodo de ETE

O lodo de ETE é um resíduo gerado nos processos de tratamento de esgoto sanitário. Esse lodo é composto principalmente por matéria orgânica, matéria inorgânica, microrganismos e nutrientes com alto potencial de riscos à saúde pública, ao ambiente e à proliferação de vetores de moléstias e organismos nocivos (Resolução CONAMA 375, 2006). O lodo pode ser gerado através de diferentes processos e cada processo confere algumas características ao resíduo.

O lodo que foi usado neste trabalho é o subproduto do tratamento terciário segundo a CAP, ETE de Chatuba Campos - R.J. (Figura 4). Esse processo consiste em separar numa primeira fase os materiais mais grosseiros por gradeamento logo depois é bombeado e levado para um compartimento que recebe constituintes para a desinfecção (o polímero IWT, IFLOC 507 e Cal hidratada calcítica) onde se misturam com água, a cada 1500 a 2000 litros de água são colocados 25 litros deste polímero e a cada 250 litros de água são colocados 20kg de cal e após todo o tratamento a parte líquida do resíduo recebe cloração.

Após a desinfecção inicia o bombeamento novamente onde é levado para outro gradeamento para remover os sólidos menos grosseiros, depois é bombeado para centrífuga, depois passa pelo tratamento anaeróbio e logo após para o aeróbio, neste recebe cloreto férrico o que faz com que decante o sólido, nesta etapa se regula alguns parâmetros como cor e pH por exemplo.

Após este processo de tratamento se tem a parte sólida e líquida. A parte líquida além da desinfecção (caleação e polímero) recebe cloração para controlar possíveis coliformes termotolerantes, ficam armazenados em tanques até ser enviado através de caminhões pipa. Esta água é usada para regar o jardim da área urbana da cidade de Campos dos Goytacazes - RJ bem como ao da própria ETE da CAP.

A parte sólida, o resíduo aqui estudado (lodo de ETE, Figura 5), é levado para o leito de secagem que se localiza no pátio da empresa CAP da ETE de Chatuba, o lodo é disposto sem nenhuma proteção no solo, até ser enviado para o aterro sanitário, localizado em Conselheiro Josino, Campos - RJ.

De acordo com o CONAMA 375 (2006) os lodos de esgoto correspondem a uma fonte potencial de riscos à saúde pública e ao ambiente e potencializam a proliferação de vetores de moléstias e organismos nocivos. Devido a fatores naturais e acidentais os lodos de esgotos são resíduos que podem conter metais pesados, compostos orgânicos persistentes e patógenos em concentrações nocivas à saúde e ao meio ambiente.



Figura 4. Complexo de tratamento de esgoto da CAP - ETE Chatuba Campos - R. J.



Figura 5. Lodo gerado na ETE da CAP.

4.5.2.1. Características do lodo de ETE

As características do lodo de ETE depende da origem dos sólidos, das quantidades geradas e dos tipos de processos a que foram submetidos. Os sólidos removidos do fundo dos decantadores primários, chamados de lodos primários, apresentam coloração cinza, são viscosos, apresenta odor ofensivo necessitando ser digerido antes da destinação final.

Quando o lodo primário é removido do decantador apresenta teores de sólidos totais de 1 a 7%, mas estes valores dependem do tipo do decantador utilizado e da forma de remoção do lodo. O teor de sólidos vai influenciar se a remoção do lodo é contínua ou intermitente, se é hidráulica ou por dispositivos de sucção, se o projeto previu ou não o espessamento de lodo no decantador e etc.

O lodo primário antes de ser enviado para o digestor, geralmente passa por processo de espessamento com o intuito de diminuir o volume dos digestores de lodo, com este processo obtém-se teores de sólidos de 5 a 10%. O lodo primário sedimenta com facilidade e seu espessamento pode ser feito em unidades gravimétricas, mesmo tipo utilizado na decantação primária (METCALF & EDDY, 1991).

Os lodos secundários são os sólidos provenientes dos decantadores secundários, normalmente apresentam coloração marrom e aparência floculenta. Se a coloração deste lodo for mais escura, ele está se aproximando de condições sépticas, caso apresente cor mais clara que a normal, o lodo é fresco e bem aerado. Os lodos secundários frescos apresentam um odor de terra úmida mas tendem a se tornarem sépticos rapidamente o qual provoca um desagradável odor de material em putrefação. Sendo assim, se faz necessário este lodo ser digerido antes da destinação final (METCALF & EDDY, 1991).

O lodo secundário apresenta teores de sólidos totais que variam de 0,5 a 1,5%. Para aumentar os teores de sólidos para valores de 3,5 a 5,0%, o lodo secundário assim como o lodo primário deve passar por uma unidade de espessamento antes de ser enviado ao digestor. O ideal é fazer o espessamento do lodo secundário em unidades de flotação devido este lodo ser do tipo que não sedimenta facilmente (METCALF & EDDY, 1991).

4.5.2.2. Caracterização química do lodo

O lodo de ETE pode conter em sua composição elementos como: arsênio, bário, bádmió, chumbo, cobre, cromo, mercúrio, molibdênio, níquel, selênio, zinco e etc.

Bastos *et al.*, (2006) estudando o gerenciamento integrado da produção de lodo e de biossólidos em um sistema UASB + BF, quimicamente caracterizaram o lodo higienizados por caleação e secagem em estufa, para a verificação do potencial agrônômico (nutrientes) e tóxico (metais). As amostras analisadas mostraram teores de metais pesados (zinco, cobre, cádmio, chumbo, níquel e cromo) bem inferiores aos limites fixados pela Resolução CONAMA 375 (2006) (Tabela 2). Os elementos arsênio, mercúrio, molibdênio e selênio não foram analisados porém supõe que estes estejam também abaixo dos limites aceitáveis, sendo esgoto e lodo, de origem de esgoto doméstico de uma pequena comunidade. Ainda segundo os autores, a caleação interfere diretamente nos teores de nutrientes. Por exemplo, quanto maior a concentração de cal maior teor de Ca e menores os teores de N, P, S e carbono orgânico.

Tabela 2. Metais pesados presentes no lodo (ppm).

Lodo	Zn	Cu	Cr	Pb	Ni	Cd
Ppm						
Cal 30%	803	273	44	30	26	0,5
Cal 40%	729	190	34	22	23	0,7
Cal 50%	545	149	43	14	16	0,3

4.5.3. Reciclagem do lodo de ETE

A reciclagem de resíduos industriais vem sendo intensificada em todo o mundo. Na América do Norte e na Europa a reciclagem é vista pela iniciativa privada como um mercado altamente rentável. Na Europa, a Itália por exemplo, líder em produção, há técnicas de fabricação e inovação tecnológica, não só a questão da reciclagem se destaca no setor econômico, como também a questão da prevenção e redução da poluição (PALMONARI & TIMELLINI, 2002). Portanto, reduzir, reutilizar e reciclar são condições essenciais para garantir processos mais econômicos e ambientalmente sustentáveis, em áreas urbanas e rurais.

A disposição do lodo de ETE no Brasil geralmente é em aterros sanitários (JORDÃO & PESSÔA, 2005) ou lixões, trabalhos vêm sendo feitos para modificar esta situação a partir de ações preventivas, de redução e reciclagem, o lodo pode ter outros meios de disposição como disposição no solo (*landfarming*), compostagem, incineração, matéria-prima em materiais cerâmicos e co-processamento com cimento.

A opção de se aproveitar o lodo de ETE já é antiga em outros países e no Brasil vem crescendo, dentre as técnicas se pode citar:

- Armazenamento do lodo líquido em lagoas de lodo para posterior incorporação em solos agrícolas, ou mesmo na recuperação de áreas degradadas, visando à melhoria das características do solo;
- Utilização direta da torta desidratada na melhoria de solos agrícolas ou de solos em áreas degradadas.
- Torta de lodo misturada à argila em determinadas proporções, na produção de agregados leves para concreto.
- Torta de lodo misturada à argila na proporção de até 40% em peso de sólidos secos, na fabricação de tijolos de cerâmica vermelha.

Têm-se aplicado diferentes métodos de reaproveitamento deste material no mundo inteiro, variando conforme as características intrínsecas de cada caso.

A Tabela 3 apresenta os principais meios de destinação do lodo em países de realidades distintas.

Tabela 3. Principais métodos de disposição em diferentes países (CHANG *et al.*, 2001; GEYER, 2001).

País	Método de disposição (como % do total produzido)			
	Aterros	Agricultura	Incineração	Outros
França	50	50	0	0
Alemanha	25	63	12	0
Itália	34	55	11	0
Portugal	80	13	0	7
Espanha	10	50	10	30
Japão	6	14	80	0
EUA	30	20	30	20
Brasil	80	5	0	15

A reciclagem deste resíduo é de grande interesse para as indústrias, principalmente devido às exigências dos órgãos ambientais. Uma das práticas estudadas para destinação correta deste resíduo tem sido a utilização em materiais da construção civil, como por exemplo, blocos de vedação e telhas à base de argilas. A variabilidade natural das características das argilas associada a técnicas de processamento relativamente simples e ainda a baixa performance exigida para os produtos permitem a presença de níveis de impurezas relativamente elevados. Com isso, se pode incorporar outros tipos de materiais resultantes das mais diversas fontes de geração (DONDI *et al.*, 1997).

A indústria de cerâmica vermelha está entre as indústrias que mais reciclam resíduos industriais e urbanos, isto é, devido a sua grande produção que facilita a incorporação de vários resíduos, além de suas propriedades físicas e mecânicas. O aproveitamento de resíduos industriais não é novidade e vem ocorrendo em vários países. Entre as principais razões que levam um país a reciclar seus resíduos está o esgotamento da matéria-prima e o aumento do volume dos resíduos (SILVA, 2006).

4.6. Incorporação de Resíduo de ETE em Materiais Cerâmicos

4.6.1. Incorporação em cerâmica vermelha

Diversos trabalhos têm sido realizados a fim de buscar novas maneiras de reaproveitar o resíduo de ETE. Dentre os trabalhos desenvolvidos, uma grande parcela refere-se ao reaproveitamento do resíduo de ETE como matéria-prima alternativa incorporada em cerâmica vermelha. A seguir serão apresentados alguns destes trabalhos.

O lodo de esgoto possui elementos químicos e fases cristalinas que podem ser usados na fabricação de corpos cerâmicos, especialmente no setor de cerâmica vermelha, setor que têm a capacidade de aceitar em suas formulações quantidades, mesmo significativas, dos mais variados resíduos; já que as matérias-primas usadas normalmente para esse fim, como as argilas, são de natureza bastante heterogênea, sendo constituídas normalmente por misturas de diferentes minerais, com diferentes fases cristalinas.

O lodo de esgoto quando usado isoladamente, não permite obter corpos de prova com os valores mínimos de resistência à flexão, provavelmente porque esse lodo está composto de muita matéria orgânica, que na hora da queima entra em

combustão e gera gases, deixando o corpo poroso e diminuindo a sua resistência mecânica e aumentando sua absorção de água.

Adições desta matéria-prima em uma massa cerâmica provavelmente deteriorarão as propriedades após queima e seu emprego estará condicionado tanto às outras matérias-primas usadas, quanto à quantidade de lodo que pode ser adicionado cumprindo os parâmetros para cada produto.

Díaz *et al.* (2013), caracterizaram lama vermelha e lodo de esgoto como matérias-primas cerâmicas. O lodo usado neste trabalho é proveniente da ETE da cidade de Franca, S.P., esta ETE opera pelo sistema de lodo ativado convencional. A lama vermelha usada é o resíduo de uma planta de produção de alumina da Região de Alumínio, SP.

As amostras foram secas em estufa a 110°C, destorroadas e moídas, peneiradas por peneira 70 ASTM; o material passante desta peneira, foi as matérias-primas para a fabricação dos corpos de prova. As matérias-primas utilizadas neste trabalho tiveram sua composição mineralógica caracterizada por difração de raios X (DRX) (Figura 6), e a composição química por fluorescência de raios X (FRX).

Foram preparados 35 corpos de prova (C. P.) da argila e das misturas (do lodo e da lama foram feitos 10 C. P.). As composições estudadas são mostradas na Tabela 4. Foram produzidos corpos de prova para avaliar seu desempenho nas propriedades fundamentais (resistência mecânica à flexão, densidade aparente, porosidade e absorção de água). Foi possível estabelecer que ambos os resíduos poderiam ser adicionados na fabricação de materiais cerâmicos.

Tabela 4. Composições estudadas por Díaz *et al.* (2013).

Tratamento	Temperatura (°C)	Argila (%)	Lama (%)	Lodo (%)	N° de corpos
Argila	1050	100	0	0	30
Lama	950 e 1050	0	100	0	10
Lodo	950 e 1050	0	0	100	10

Os resultados da composição química por fluorescência de raios X (FRX) estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. Principais óxidos das diferentes matérias-primas usadas no trabalho de Díaz *et al.* (2013).

	Argila	Lama	Lodo
Na ₂ O	0,1	0,75	0,09
MgO	0,59	0,09	0,37
Al ₂ O ₃	26	31,1	11,4
SiO ₂	50	18,9	16,18
P ₂ O ₅	0,17	0,13	3,87
SO ₃	0,05	0,07	1,94
K ₂ O	1,89	0,12	0,27
Fe ₂ O ₃	10,5	23,9	20,9
P.F	9,05	17,3	40,3

ND = elemento não detectado, P.F = perda ao fogo.

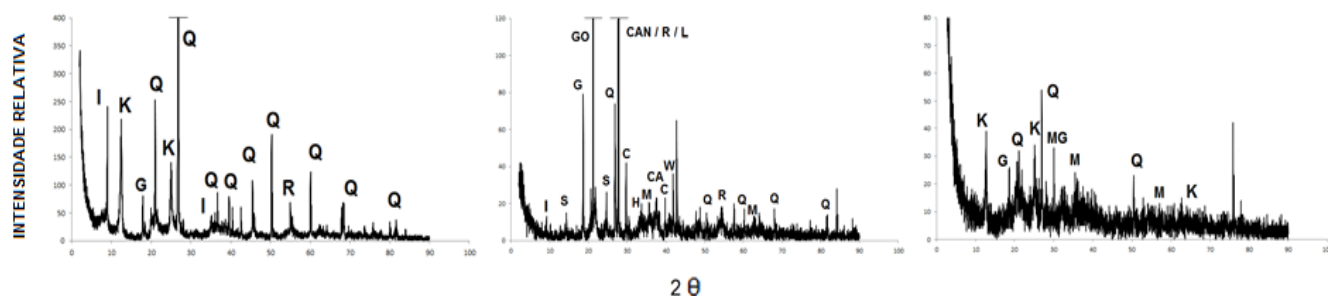


Figura 6. Curvas de difração de raios X das diferentes matérias-primas. A) Argila. B) Lama vermelha. C) Lodo de esgoto. (Díaz *et al.*, 2013).

Na argila as fases cristalinas presentes são: caulinita (K), ilita (I), quartzo (Q), rutilo (R), e gibsita (G). As fases cristalinas presentes na lama vermelha são: quartzo (Q), sodalita (S), cancrinita (CAN), ilita (I), limonita (L), hematita (H), magnetita (M), goetita (GO), gibsita (G), rutilo (R), calcita (C), cal (CA), e wustita (W).

No lodo, a difração de raios-X indicou a presença dos seguintes minerais: quartzo (Q), caulinita (K); gibsita (G), maghemita (MG), e magnetita (M). Essas

curvas de difração de raios X mostram que tanto o lodo de esgoto como a lama vermelha apresentam composições mineralógicas semelhantes à argila, além de outros compostos que podem ser usados na fabricação de materiais cerâmicos.

Os resultados da resistência à flexão do estudo de Díaz *et al.*, (2013) são apresentados na Figura 7.

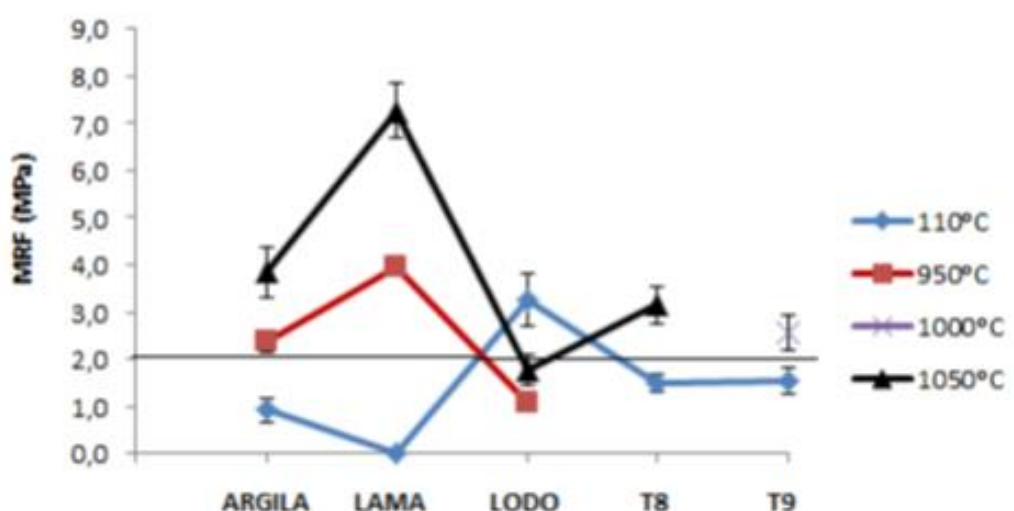


Figura 7. Módulo de resistência à flexão. A linha horizontal representa o valor mínimo requerido para tijolos de alvenaria (DÍAZ *et al.*, 2013).

O valor mínimo de resistência à flexão para tijolos de alvenaria após queima é de 2Mpa. Para tijolos furados de 5,4Mpa e para telhas de 6,4Mpa. Baseados nos valores de resistência à flexão, a argila e as misturas podem ser usadas para tijolos de alvenaria, e a lama poderia ser usada na fabricação de telhas cerâmicas.

Na queima a 1050°C os corpos feitos com a argila apresentam valores próximos ao limite para serem usados como tijolos de alvenaria. Isso provavelmente é devido à quantidade de óxido de alumínio presente na argila e à falta de fundentes, dificultando, na temperatura estudada, a formação de fase vítrea ou fases que aumentam a resistência mecânica, como a mulita.

Adições de lama vermelha poderiam estar aumentando a resistência mecânica das misturas, possivelmente pela adição de fundentes como o sódio e o ferro, presentes na composição da lama, que ajudam com formação de fase vítrea.

O lodo apresenta uma resistência na queima a 1050°C de 1,8Mpa, com uma cor marrom escura, além de fissuras e poros no corpo, isso dava indícios que o material estava perto da superqueima. Nos corpos de prova que têm adição de lodo,

o valor da resistência diminui, devido à combustão da matéria orgânica que produz gases, formando poros na peça queimada, isso deixa o material com uma resistência mecânica menor.

Ambas as misturas cumprem com os demais parâmetros requeridos, como absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente.

Nandi *et al.* (2012), caracterizaram resíduo sólido de ETE da indústria cerâmica de revestimento. O lodo cerâmico utilizado no trabalho foi cedido pela empresa Cerâmica Novagres. Inicialmente o resíduo sólido foi homogeneizado com o auxílio de uma máquina (pá carregadeira) foi coletado em cinco pontos um total de 100 kg, a amostra foi homogeneizada e reduzida a 10kg para ensaios laboratoriais.

A amostra separada foi seca em estufa de laboratório a 110°C com ventilação forçada por 24 horas para eliminação da umidade. Após a secagem, a amostra foi desagregada em almofariz e peneirada em peneira com malha de 35 mesh. Em seguida, parte da amostra foi analisada quimicamente por meio de espectrômetro de fluorescência de raios X.

Foram realizados ensaios de lixiviação para avaliar a periculosidade do resíduo com base na NBR 10004 (2004), e ensaios de solubilização, para determinação da classe do resíduo. Foram feitos difratometrias de raios X (Figura 8) para identificar as fases presentes no lodo cerâmico. Foi avaliado o comportamento térmico do lodo cerâmico por meio de análises termodiferencial e termogravimétrica (ATD/TG) (figura 9) e dilatométrica. A análise química está mostrada na Tabela 6.

Tabela 6. Composição química do lodo de ETE/resíduo cerâmico. (NANDI *et al.*, 2012).

Óxidos	SiO₂	Al₂O₃	K₂O	Na₂O	MgO	CaO	Fe₂O₃
% em massa	53,42	14,84	2,67	1,30	2,12	7,37	0,49
Óxidos	TiO₂	ZrO₂	ZnO	SrO	PbO	BaO	P₂O₅
% em massa	0,12	3,71	4,67	0,07	0,02	0,75	0,06

Os resultados da análise química, mostrados na Tabela 6, indicam um elevado teor de Al_2O_3 e SiO_2 , que são os principais componentes encontrados em materiais vítreos e massas cerâmicas. O Al_2O_3 presente no material atua como refratário e estabilizante, aumentando a viscosidade do fundido e diminuindo o coeficiente de expansão térmica (CET) da frita produzida. O SiO_2 é um formador de vidro que contribui para o aumento da resistência química e da dureza e diminuição do CET da frita.

As Tabelas 7 e 8 mostram os resultados dos ensaios de lixiviação e de solubilização do lodo cerâmico, realizados de acordo com a Norma NBR 10004 (ABNT, 2004). A partir da análise destas, é possível verificar que o metal pesado bário representa uma fração elevada entre os elementos analisados tanto no lixiviado quanto no extrato. Neste último, o valor é cerca de 10 vezes superior ao do limite máximo estabelecido pela norma.

O íon fluoreto também ultrapassou o limite máximo no extrato permitido por norma (cerca de 5 vezes superior). Destaque também para o íon alumínio, que é um metal muito tóxico e que quase ultrapassou o limite máximo no extrato permitido por norma. Desta forma, de acordo com a Norma NBR 10004 (ABNT, 2004), o lodo cerâmico é classificado como Resíduo Classe I - perigoso, considerado como material que apresenta periculosidade real ou potencial à saúde humana ou aos organismos vivos.

A reciclagem deste resíduo deve torná-lo inerte, quando presente na estrutura vítrea de uma frita. Entretanto, deve-se considerar também que após a moagem da frita a úmido e dependendo do pH do meio, estes íons poderão ser atacados pelo agente suspensor, normalmente água. Desta forma, deve ser tomado cuidado, posteriormente, com o nível de lixiviação e solubilização destes íons na frita. O mesmo cuidado deve ser tomado ao se adicionar este resíduo às matérias-primas de uma massa cerâmica.

Tabela 7. Resultados dos ensaios de lixiviação do lodo cerâmico. (NANDI *et al.*, 2012).

Ensaio de lixiviação				
Elementos/ Parâmetros	Unidades	Resultados	Limite máximo lixiviado	no L.Q.
Arsênio	mg/L	ND	1,0	0,001
Bário	mg/L	118,0	70,0	0,100
Cádmio	mg/L	ND	0,5	0,010
Chumbo	mg/L	0,58	1,0	0,010
Cromo total	mg/L	ND	5,0	0,020
Fluoreto	mg/L	9,1	150,0	0,100
pH inicial	NA	8,7	NA	0,100
pH final	NA	5,4	NA	0,100
Tempo de lixiviação	H	18	18,0	NA
Volume lixiviado	mL	550,0	18 +/-2	NA

L.Q.: é o limite de quantificação do método utilizado para o referido parâmetro. ND: não detectado. NA: não avaliado.

Tabela 8. Resultados dos ensaios de solubilização do lodo cerâmico. (NANDI *et al.*, 2012)

Ensaio de solubilização				
Elementos	Unidades	Resultados	Limite máximo no extrato	L.Q.
Alumínio	mg/L	0,2	0,2	0,05
Arsênio	mg/L	ND	0,01	0,001
Bário	mg/L	7,4	0,7	0,1
Cádmio	mg/L	ND	0,005	0,01
Chumbo	mg/L	ND	0,01	0,01
Cloretos	mg/L	13,6	250,0	0,1
Cromo total	mg/L	ND	0,05	0,02
Fenóis totais	mg/L	ND	0,01	0,1
Ferro	mg/L	ND	0,3	0,02
Fluoreto	mg/L	8,7	1,5	0,1

L.Q.: é o limite de quantificação do método utilizado para o referido parâmetro. ND: não detectado. NA: não avaliado.

Os óxidos dos elementos químicos, mostrados na Tabela 7, em sua forma mais estável, estão presentes nas fases cristalinas identificadas no difratograma de raios X. Pode-se observar, a partir da análise da Figura 8, que no lodo cerâmico predomina as seguintes fases cristalinas: quartzo- α , silicato de zircônio, anortita e silicato de bário. Além disso, pode-se perceber certa quantidade de fase amorfa neste material, devido provavelmente, à frita tipicamente existente na composição de esmaltes e engobes presentes no lodo cerâmico.

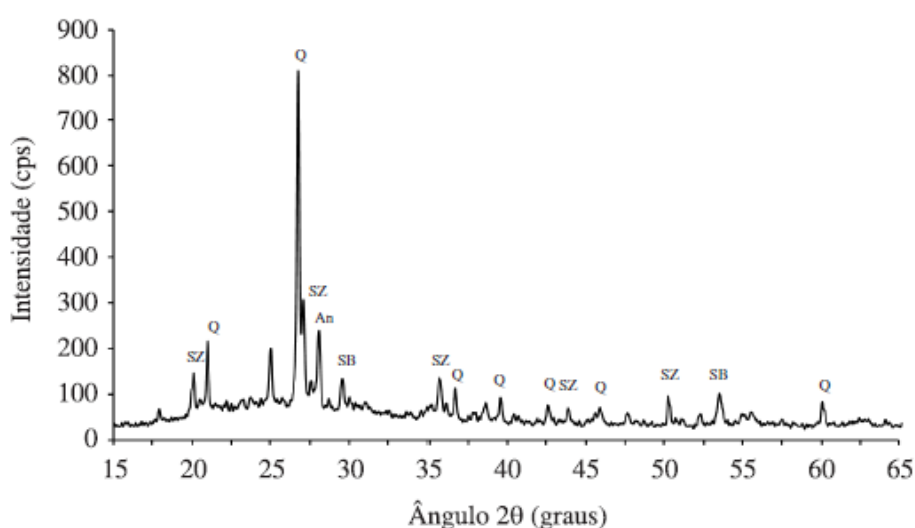


Figura 8. Difratograma de raios X do lodo cerâmico. An: anortita; Q: quartzo- α ; SB: silicato de bário; SZ: silicato de zircônio (NANDI *et al.*, 2012).

As curvas de ATD/TG (Figura 9) mostram perda de massa total de pouco mais de 4% até cerca de 750°C, a qual está relacionada à eliminação de água superficial, à desidroxilação do hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$) do tipo cliaquita-amorfo (pico endotérmico a 247°C) e à desidroxilação, em forma de bandas, das ilitas trioctaédricas (pico endotérmico a 717°C).

Além disso, pode-se observar um pico endotérmico a 692°C referente à perda da estrutura cristalina de caulinitas e um pico exotérmico a 962°C, característico da formação de espinélios a partir das ilitas e formação da metacaulinita a partir da caulinita. As informações obtidas, a partir da análise térmica (ATD/TG), permitem entender as alterações ocorridas no lodo cerâmico durante o aquecimento.

O CET (coeficiente de expansão térmica) do lodo cerâmico encontrado foi de $56,1 \times 10^{-7} \text{°C}^{-1}$, medido no intervalo de temperatura compreendido entre 25 e 325°C. Considerando o valor do CET obtido, o lodo cerâmico poderia ser empregado

na formulação e produção de massas cerâmicas de telhas, tijolos e mesmo de placas cerâmicas.

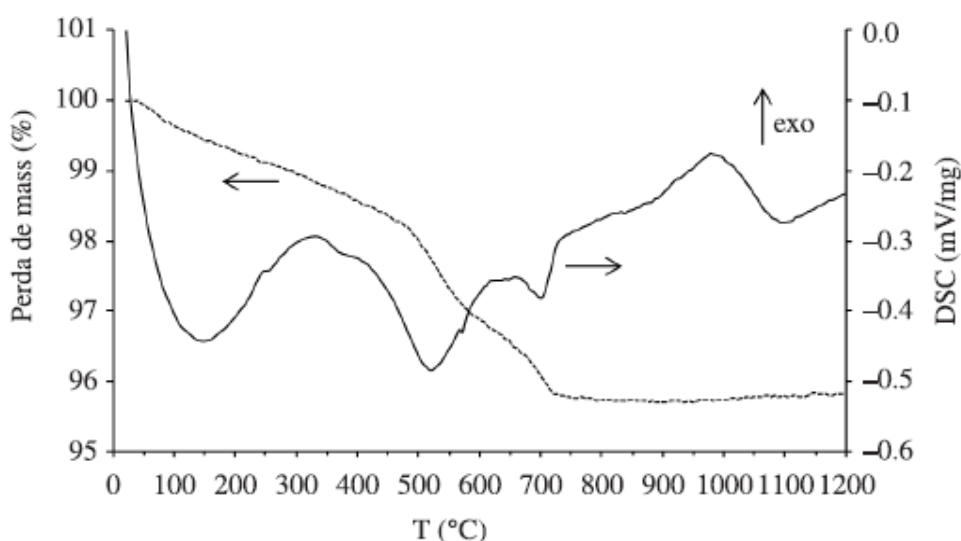


Figura 9. Curva termodiferencial e termogravimétrica do lodo de ETE (NANDI *et al.*, 2012).

Pires *et al.* (2011) estudaram a adição de lodo de esgoto em tijolos cerâmicos: Estudo de viabilidade, da E.T.E. do município de Jaguariúna - SP. Foi incorporado na mistura 10, 20 e 30% em massa de lodo de ETE. As argilas foram provenientes do estado de São Paulo, a argila “taguá” caracterizada por ser um material plástico com alto teor de óxido de ferro.

A mistura do lodo com a argila ocorreu de forma manual em quatro tipos de amostras em um local apropriado. Após a confecção dos corpos de prova foram colocados numa estufa com temperatura de 80°C. Depois da medição e pesagem os corpos de prova foram queimados numa temperatura de aproximadamente 900 °C. Os resultados finais foram comparados consultando a literatura de Vieira (2001) com características usuais da argila utilizada no estudo conforme Tabela 9.

Tabela 9. Característica usual da argila "taguá" no estado de São Paulo (Vieira, 2001).

Umidade de extrusão secagem (%)	de Retração de secagem (%)	de Retração de queima (%)	de Absorção de água (%)
28,0	6,0	5,1	7,0

Através dos cálculos de umidade de extrusão, retração de secagem e queima e absorção de água aplicados aos corpos de prova de cada dosagem diferente do lodo se alcançou os resultados de média e desvio padrão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10. Resultados finais (média e desvio padrão) dos corpos de prova com lodo adicionado (PIRES *et al.*, 2011).

Quantidade de lodo adicionado (%)	Umidade de extrusão de secagem (%)	Retração de secagem (%)	Retração de queima (%)	Absorção de água (%)
10	26,93±0,55	8,35 ± 0,61	10	17,04 ± 1,18
20	31,73 ± 0,64	10,56 ± 0,83	12	23,31 ± 1,70
30	27,86 ± 0,74	6,78 ± 0,71	9	24,13 ± 0,38

Os resultados apontaram que com a dosagem de 20% de lodo ocorreu a maior umidade de extrusão de secagem, indicando que este perdeu mais água durante o processo. As amostras com 30% ficaram mais próximas das características usuais da massa cerâmica fabricada com argila “taguá”. Com relação à retração de secagem e de queima, as amostras com 30% de lodo adicionado, novamente mostraram uma menor diferença em comparação as qualidades apresentadas na Tabela 10.

Os corpos de prova tiveram uma retração menor, sendo melhor do ponto de vista técnico, já que retrações elevadas, como pode ser observado nos resultados com as amostras de 20%, apresentaram dificuldades no processo de fabricação. A porcentagem de absorção de água esteve diretamente ligada à adição de lodo de esgoto, ou seja, quanto maior a dosagem de lodo, maior foi a absorção de água dos corpos-de-prova, mas permanecendo dentro de uma faixa aceitável para tijolos cerâmicos.

VELHO *et al.* (2011) analisaram o reaproveitamento de lodo de ETE (Estação de Tratamento de Efluentes) para produção industrial de engobes. O resíduo utilizado neste trabalho é proveniente da empresa Cerâmica Artística Giseli, O lodo

foi incorporado na massa cerâmica nas seguintes proporções 25, 50, 75 e 100% em um engobe cerâmico utilizado na fabricação de peças especiais.

O lodo foi caracterizado pelas técnicas de análise química por fluorescência de raios X (FRX) e seu comportamento térmico por dilatométrica ótica (microscopia ótica). Para a análise química por FRX as amostras foram preparadas como pérola fundida, utilizando-se espectrometria por dispersão de comprimentos de onda, O elemento boro foi determinado pela técnica de absorção atômica em chama (AAS), pois não pode ser detectado pela técnica de FRX.

A dilatométrica ótica das amostras foi realizada em corpos de prova prensados (20 kgf.cm⁻²) com 7% de umidade, com dimensões de 4 mm de diâmetro por 2 mm de altura. O ensaio foi realizado com taxa de aquecimento de 10°C/min, de 20 a 1400°C, utilizando-se a técnica de microscopia de aquecimento.

Os resultados da caracterização química do lodo de ETE, do engobe de produção e das formulações são apresentados na Tabela 11. Deve ser observado que a análise química foi feita com o composto do engobe, ou seja, o engobe formulado com frita, caulim e areia de zircônia. Desta forma, os resultados são aproximados.

Tabela 11. Análise química (FRX e AA) das formulações de engobe usando lodo de ETE (% massa) (VELHO *et al.*, 2011).

Amostra	100% engobe	25% lodo	50 % lodo	75 % lodo	100 % lodo
SiO ₂	60,9	57,5	56,7	55,8	54,3
Al ₂ O ₃	12,8	12,3	12,1	11,7	11,3
ZrO ₂	13,2	10,7	9,3	7,6	5,9
CaO	2,4	3,5	4,7	6,1	7,4
MgO	1,8	1,7	1,6	1,6	1,5
B ₂ O ₃	1,6	1,9	2,0	2,5	3,1
Na ₂ O	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4
K ₂ O	1,1	1,3	1,6	2,0	2,4
Fe ₂ O ₃	0,2	1,6	1,7	1,81	1,9
ZnO	0,8	3,3	4,0	4,7	5,6
PF ^a	3,3	3,0	2,9	2,9	2,7

^aPF = perda ao fogo.

Pode-se perceber que o engobe é formado majoritariamente por sílica, formadora de vidro, e apresenta grande quantidade de alumina e zircônia. Ambas apresentam como característica elevada refratariedade, e, além disso, a zircônia é utilizada para branquear o engobe. Os óxidos fundentes somados ao óxido de boro (~8%) tornam o engobe impermeável à ação da água.

O lodo é proveniente da lavagem do piso do setor de esmaltação, ou seja, é composto por resíduos de todas as tipologias de vidrados e engobes da empresa. É também formado majoritariamente por sílica, apresentando grande quantidade de alumina e menor teor de zircônia que o engobe. Apresenta maior quantidade de óxidos fundentes somados ao óxido de boro (~15%) que o vidrado, tornando-o mais fundente. As demais formulações apresentam composições intermediárias.

Os resultados da caracterização térmica do lodo de ETE, do engobe de produção e das formulações são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12. Temperaturas características (dilatometria ótica) das formulações de engobe usando lodo de ETE (°C) (VELHO *et al.*, 2011).

Temperatura (°C)	100% lodo	75% lodo	50% lodo	25% lodo	100% engobe
Sinterização	929	976	1078	1099	1128
Amolecimento	962	1101	1109	1222	1170
Esfera	1193	1213	1260	1303	1303
Meia esfera	1284	1293	1358	1378	1378
Fusão	1359	1356	1393	1397	1397

De acordo com a Tabela 12, percebe-se que o engobe é mais refratário que o lodo e que todas as demais formulações. Tanto a temperatura de sinterização quanto as de amolecimento, esfera, meia esfera e de fusão do engobe são maiores que as do lodo, alterando significativamente o comportamento térmico das formulações lodo/engobe, o que altera as condições de queima do engobe. Desta forma, optou-se pela adição de somente 25% de lodo ao engobe.

Em função da porcentagem de lodo adicionado ao engobe (Tabelas 12 e 13), há considerável variação dos resultados com a queima para os maiores teores de lodo adicionado ao engobe, mas a adição de até 25% do lodo no engobe não altera

significativamente as propriedades de interesse para produção do engobe. Por outro lado mostra que uma redução do teor de engobe em todas as composições implicará em uma diminuição de gastos (Tabela 13).

Tabela 13. Composição do engobe padrão e do engobe modificado (25% lodo) (VELHO *et al.*, 2011).

Composição (%)	Engobe padrão	Engobe 25% lodo
Argila branca	15	13
Zircônia	16	15
Feldspato branco	10	8
Frita transparente	53	47,3
Quartzo	3	-
Alumina	3	3
Lodo	-	13,7

Teixeira *et al.* (2002) realizaram a Caracterização de resíduos de ETA e ETE e o estudo da viabilidade de seu uso pela indústria cerâmica. Os autores obtiveram o lodo na Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) do Departamento Autônomo de Água e Esgoto de Penápolis - SP (DAEP). Os lodos foram misturados com argila, usada para produzir tijolo maciço, proveniente de várzea, do município de Indiana, cidade próxima a Presidente Prudente.

Este material foi caracterizado por este autor, como sendo uma argila do tipo franco argiloso (38,2% de argila, 27,7% de silte e 34,1% de areia). Foram preparados corpos de prova (CP), com incorporações do lodo de ETE nas concentrações de 0, 10, 20 e 30 %, e queimados em temperaturas de 900, 950, 1000 e 1200 °C.

A Tabela 14 mostra o resultado da análise granulométrica e matéria orgânica das amostras. Os resultados da Análise de Absorção Atômica - AAS (Tabela 15) mostram que as concentrações de chumbo, cromo, cádmio, alumínio, zinco, ferro e cobre, estão abaixo dos valores recomendados pelos órgãos de fiscalização ambiental (PROSAB, 1999).

Tabela 14. Resultado da análise granulométrica e matéria orgânica das amostras (TEIXEIRA *et al.*, 2002).

AMOSTRA	% MATÉRIA ORGÂNICA	% MÉDIA DE ARGILA	% MÉDIA DE SILTE	% MÉDIA DE AREIA
ARGILA	5,3	38,2	27,7	34,1
LODO DE ETE	5,3	41,9	12,5	45,5

Tabela 15. Resultados da Análise de Absorção Atômica (TEIXEIRA *et al.*, 2002) AAS e valores limites para uso agrícola (mg/kg).

	Pb	Cr	Zn	Mn	Cu
ETE	0.44	4.00	80.83	38.80	10.95
V. Limite - USA ^a	20	1500	1400	----	750

^a PROSAB, 1999.

Os ensaios de resistência mecânica (TR - tensão de ruptura à flexão) (figura 10) variaram em relação à temperatura de queima dos corpos de prova e da porcentagem de lodo adicionado à massa cerâmica. Em geral, a TR diminui com o aumento da concentração de lodo no CP; a maior TR obtida foi para a amostra com 20% de lodo queimada a 1200°C; os valores da TR para 950°C foram maiores do que para 1000°C; os valores da TR para 900°C são aproximadamente iguais para 1000°C.

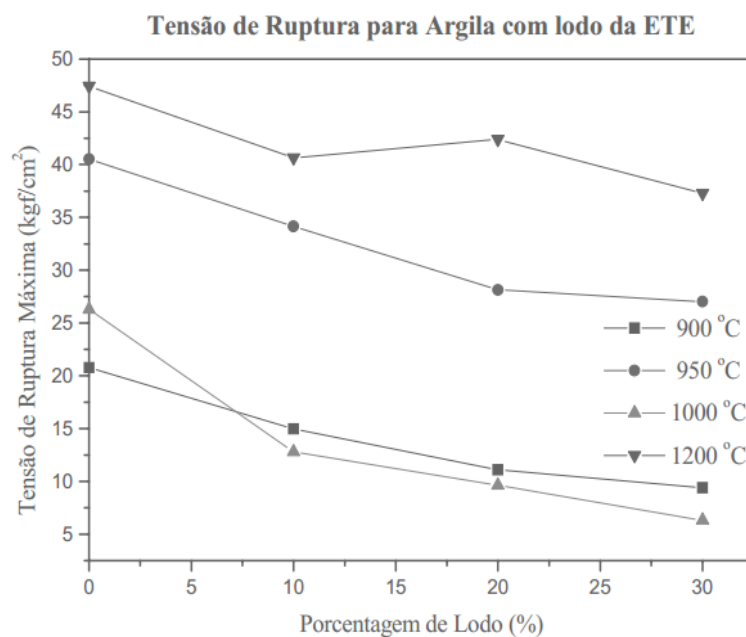


Figura 10. Tensão de ruptura para argila com lodo de ETE (TEIXEIRA *et al.*, 2002).

Os resultados da análise da absorção de água (AA) (Figura 11), após a queima, também foram obtidos em função da temperatura e em função da porcentagem de lodo misturado. Geralmente, a AA aumenta com a concentração de lodo no CP (exceto para 10% a 1200°C e 20% a 1000°C); as maiores absorções ocorrem para as amostras queimadas a 900 e 1000°C; a AA a 950°C é menor do que para 1000°C; os menores valores de AA são obtidos para os CPs queimados a 1200°C.

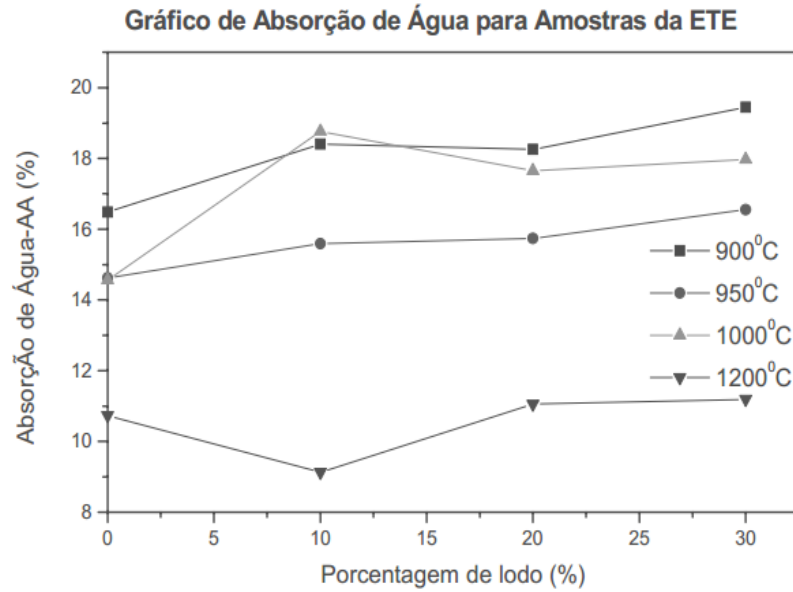


Figura 11. Absorção de água para amostras com resíduo de ETE (TEIXEIRA *et al.*, 2002).

A tabela 16 mostra a composição química do lodo de ETE estudada por alguns autores.

Tabela 16. Composição química do lodo de ETE estudada por alguns autores.

Autor	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	ZnO	CaO	P ₂ O ₅
Velho <i>et. al.</i> , 2011	54,3	11,3	2,4	1,5	1,9	1,4	5,6	7,4	-
Díaz <i>et. al.</i> , 2013	16,18	11,4	0,27	0,37	20,9	0,09	-	-	3,87
Nandi <i>et.al.</i> , 2012	53,42	14,83	2,67	2,12	0,49	1,30	4,67	7,37	0,06
Park <i>et al.</i> , 2003	39,52	17,17	2,72	2,13	11,91	1,23	0,52	7,16	7,55

Capítulo 5. Materiais e Métodos

A seguir, serão descritos os materiais utilizados e os métodos que foram empregados na dissertação de mestrado, que envolve diversas etapas relacionadas tanto com as matérias-primas quanto com o processamento e ensaios que serão utilizados, como caracterização das matérias primas, confecção de corpos de prova, determinação de propriedades das cerâmicas desenvolvidas e seus aspectos microestruturais.

A Figura 12 apresenta o fluxograma experimental seguido no desenvolvimento deste trabalho.

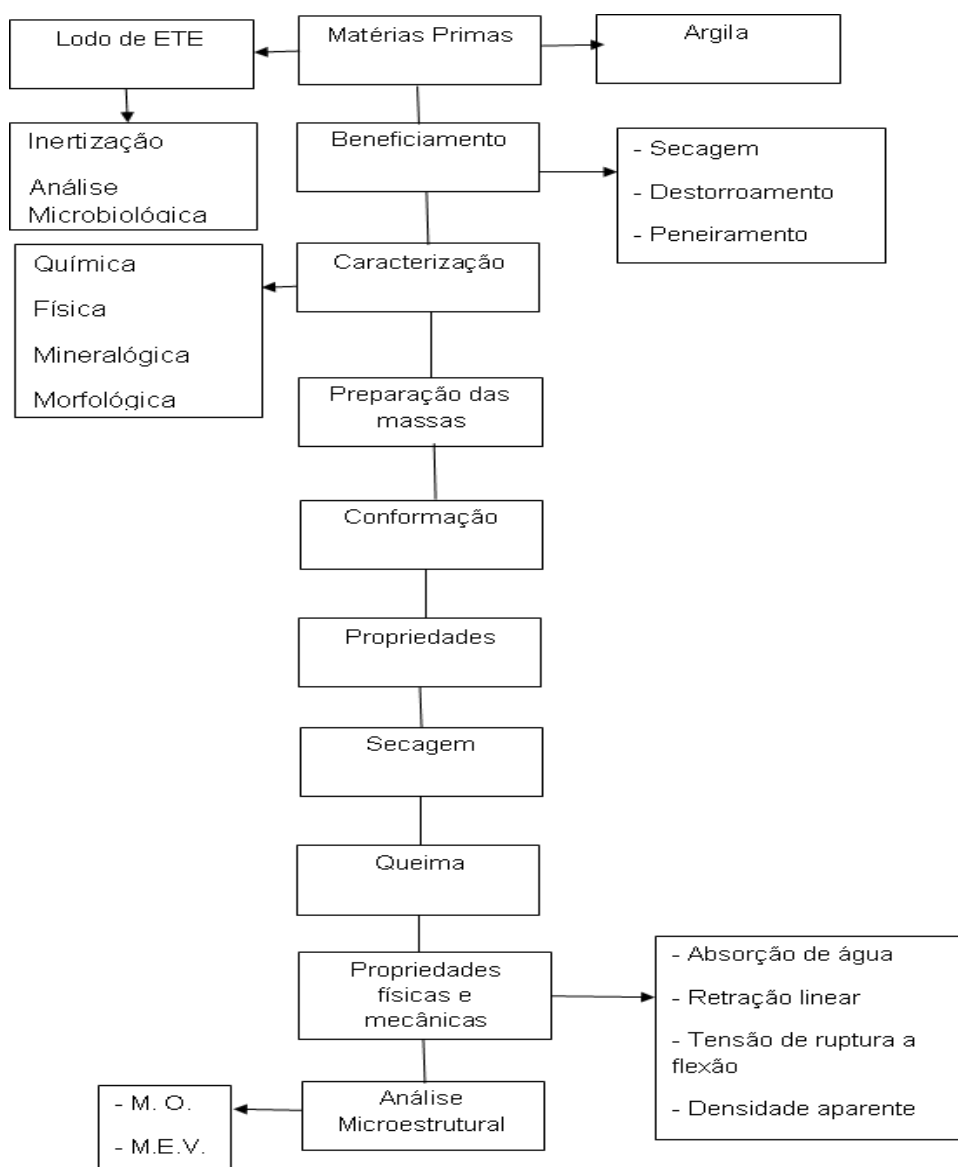


Figura 12. Fluxograma esquemático do procedimento experimental.

5.1. Materiais Utilizados

Nesse trabalho foram utilizadas como matérias-primas o lodo de ETE e uma massa cerâmica argilosa (Figura 13). A massa cerâmica estudada foi composta por argilas caulínicas do município de Campos dos Goytacazes - RJ, proveniente da Arte cerâmica Sardinha (Figura 14), localizada no Polo de Cerâmica Vermelha de Campos dos Goytacazes.

O lodo de ETE foi disponibilizado pela CAP - Concessionária Águas do Paraíba (Figura 15), na Estação de Tratamento de Esgoto de Chatuba, localizada na cidade de Campos dos Goytacazes - RJ.



Figura 13. Matérias-primas utilizadas na pesquisa: lodo de ETE e massa cerâmica respectivamente.



Figura 14. Aquisição de uma das matérias-primas que foi utilizada nesta pesquisa, a massa cerâmica fornecida pela Arte cerâmica Sardinha.



Figura 15. Vista parcial da Estação de Tratamento de Esgoto de Chatuba, Campos dos Goytacazes-RJ.

5.1.1. Beneficiamento

A argila e o lodo de ETE após serem coletados foram secos em estufa a 110°C por 24 horas, individualmente serão destorroados, moídos no moinho de bolas e peneirados, a Figura 16 mostra o tipo de peneira que foi utilizada. Em seguida, foram submetidos à moagem em moinho de bolas com esferas de porcelana de diferentes diâmetros durante duas horas a fim de reduzir sua granulometria. Após o processo de cominuição, estes foram peneirados para serem retirados partes de granulometria grosseira, em peneira de 20 mesh (840µm). Ao final foram colocados separadamente os materiais, em um vasilhame fechado para sua posterior utilização, de modo a não absorver umidade do ar.

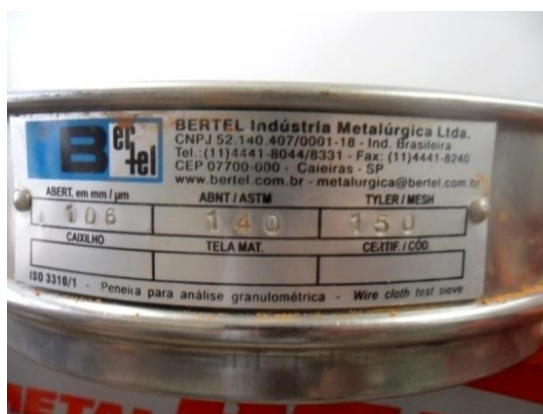


Figura 16. Equipamento utilizado no beneficiamento das matérias-primas.

5.2. Métodos

Após coleta, o lodo de ETE foi inertizado, em seguida as matérias primas foram secas em estufa de laboratório a 110°C por 24 horas e posteriormente foram desagregadas em almofariz de porcelana até passagem completa em peneira de 20 mesh. Após essa etapa as matérias primas foram submetidas aos ensaios de caracterização descritos a seguir.

5.2.1. Inertização do lodo de ETE

Inertização do lodo de ETE é um processo que torna o resíduo não perigoso. O lodo de ETE foi inertizado com relação à presença de microorganismos e patógenos com hidróxido de cálcio.

A cal, é um produto alcalino forte e normalmente de preço reduzido, é utilizada em diversas atividades relacionadas com a preservação das condições sanitárias e da higiene nas grandes e pequenas comunidades. Com a alcalinidade que transmite ao meio em que é adicionado, a maioria dos microorganismos não encontram um meio adequado para o seu crescimento e sobrevivência e, assim, o ambiente fica desinfectado e livre de maus odores.

A cal é um alcali mundialmente utilizado no tratamento de esgoto e do lodo de esgoto. Os efeitos bactericidas da cal sobre as formas vegetativas de bactérias são conhecidos. Na estabilização do lodo a cal é usada na forma de CaO ou Ca (OH)₂.

A estabilização com cal é um processo muito simples. Essencialmente, o pH do lodo é aumentado pela adição de cal e é proporcionado um tempo de contato adequado. As características químicas e físicas do lodo também são alteradas pelas reações que ocorrem.

Quando a cal é adicionada, os microorganismos envolvidos na decomposição do lodo e os patógenos são severamente inibidos, inativados ou destruídos, pelos altos níveis de pH. No lodo adequadamente estabilizado, pouco ou nenhuma decomposição ocorre e, conseqüentemente, os odores não são produzidos. O ajuste do pH pode causar liberação de gás; à pH alto (> 10,5) o gás amônia é emitido, e a pH baixo (< 6,0) é provável que haja a liberação de sulfeto de hidrogênio.

Após a etapa de inertização, foi realizado análise microbiológica no lodo para averiguar se havia presença de microorganismos patogênicos (aqueles causadores de doença).

5.2.2. Análise microbiológica

Após a etapa de inertização, foi realizado ensaios microbiológicos no resíduo com o objetivo de investigar presença de microorganismos patogênicos, mais especificamente, a *salmonella sp.*, destas análises também foram feitos testes bioquímicos como uréia e lisina por exemplo, para obtenção dos resultados. A não ocorrência deste microorganismo se confirmaria o sucesso da inertização.

5.3. Caracterização das matérias primas

As matérias-primas foram inicialmente submetidas a análises de caracterização mineralógica, química e física por meio de técnicas de fluorescência de raios X, difração de raios X, análise térmica diferencial e termogravimétrica, análise de tamanho de partículas, microscopia eletrônica de varredura e plasticidade.

5.3.1. Análise mineralógica

A difração de raios X (DRX) foi utilizada para a caracterização de fases, pois o perfil de difração obtido é característico para cada fase cristalina e a possibilidade de análises de materiais compostos por uma mistura de fases e uma análise semi quantitativa destas fases.

Ao incidir um feixe de raios X em um cristal, o mesmo interage com os átomos presentes, originando o fenômeno de difração. A identificação das fases e do grau de cristalinidade da amostra é realizada mediante técnica de difratometria de raios X (DRX). A identificação das fases presentes é baseada na comparação de um perfil desconhecido com o conjunto de difração padrão coletado e mantido pelo JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro Shimadzu, XRD-7000, utilizando radiação monocromática de Cu-K α a uma velocidade de 1,5 $^\circ$ (2 θ) por minuto. As fases cristalinas foram identificadas por comparação entre as intensidades e as posições dos picos de Bragg com aqueles das fichas padrão JCPDS-ICDD.

5.3.2. Análise química

Para a identificação dos componentes químicos das amostras, foi realizada análise química qualitativa e quantitativa utilizando um espectrômetro de

fluorescência de raios X da marca Philips modelo PW 2400, utilizando como método de preparação das amostras, pastilhas fundidas com fluxo (tetra/metaborato de lítio).

5.3.2.1. Composição química, determinação do carbono total, matéria orgânica e pH.

A determinação dos elementos como carbono total e matéria orgânica das matérias-primas foram feitas utilizando-se os seguintes equipamentos: medida de umidade (estufa com circulação forçada de ar, Modelo TE 394/3, marca TECNAL); preparação do resíduo de ETE (Forno Mufla, Modelo Q 318, marca QUIMIS); medida do teor de carbono (Espectrofotômetro, modelo 600, marca FENTO; Balança Analítica, Modelo AY220, marca Shimadzu). A Determinação do Carbono foi feita por meio do Método Walkley-Black. O pH foi medido por meio de eletrodo imerso em suspensão sólido líquido (H₂O), através do equipamento: potenciômetro.

5.3.2.2. Poder calorífico

Para determinar o calor de combustão ou poder calorífico superior (PCS) do resíduo lodo de ETE utilizou-se um calorímetro adiabático com uma bomba calorimétrica Plain Jacket Oxygen modelo 1341 do Laboratório de Zootecnia e Nutrição Animal (LZNA)/UENF. A obtenção do PCS foi baseado na metodologia constante no Manual de Instruções do equipamento.

O resíduo lodo de ETE foi seco em estufa à 100°C por 24 horas e após peneirado em peneira de 100 mesh.

Utilizando um cadinho de ferro pesou-se cerca de 1g de resíduo, que após foi inserido em uma cápsula de combustão e fixado em uma haste e colocado na bomba, o material (resíduo) é ligado por um fusível de ignição à bomba, que após fechada recebe 35atm. de oxigênio. A câmara de combustão é colocada num balde isolado do ambiente, contendo 2L de água destilada. Após fechou-se todo o sistema, e foi necessário aguardar cerca de 5 minutos para estabilização da temperatura dentro da bomba e iniciou-se a reação aquecendo a amostra através de uma corrente elétrica que passa por um fio até o fusível e este até a amostra.

A reação de combustão é exotérmica e conseqüentemente aquece a água que circunda a câmara. A variação da temperatura em função do tempo é determinada pelo termômetro de precisão, acoplado no calorímetro, onde se obtém os dados que relacionam estas duas grandezas.

Após a análise foi feita uma inspeção do interior do cadinho quanto a sinais de espalhamento da amostra ou resíduos não queimados. No caso do resíduo de lodo de ETE não havia massa residual. Como todo o calor liberado foi utilizado para elevar a temperatura da água e a partir dos dados de temperatura x tempo o equipamento calculou o poder calorífico/ calor de combustão em kcal/Kg.

5.3.3. Análises térmicas (ATD/ATG/ e DSC)

As análises térmicas diferencial e termogravimétrica (ATD/TG) foram realizadas em um analisador simultâneo ATG - ATD, marca Shimadzu, modelo DTG-60H. O ensaio foi realizado sob atmosfera de nitrogênio (28°C) até 1000 °C, com uma taxa de aquecimento de 10° C/min durante 30 minutos.

5.3.4. Análise granulométrica

As análises granulométricas das matérias-primas foram determinadas através de procedimentos de acordo com a NBR 7181 (ABNT, 1984), pelo processo combinado de sedimentação e peneiramento.

5.4. Preparação das Composições

Foram preparadas composições utilizando massa argilosa com adições de 0, 2,5, 10 e 15% em peso do lodo de ETE. As formulações foram homogeneizadas a seco em um moinho de bolas.

5.4.1. Plasticidade

Foi realizado ensaio de plasticidade nas formulações preparadas a fim de investigar o comportamento de extrusão das mesmas, no Laboratório Engenharia Civil - LECIV da UENF. A plasticidade foi determinada de acordo com as normas da ABNT NBR-7180 e NBR-6459, através da determinação dos limites de Atterberg (ABNT, 1984). O índice de plasticidade (IP) de Atterberg é dado por:

$$IP = LL - LP \quad (1)$$

Onde o limite de plasticidade (LP) 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 15cm de comprimento. O limite de liquidez (LL) 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.

5.5. Processamento dos corpos de prova

As composições formuladas foram umedecidas com 8% de água e conformadas por prensagem uniaxial a 20MPa em matriz de dimensões 114 x 25mm. Foram confeccionados 13 corpos de prova (Figura 17) que foram secos em estufa a 110°C por 24 horas ou até massa constante. Posteriormente, queimados em temperaturas de 850 e 950°C em forno laboratorial tipo mufla com taxa de aquecimento de 2°C/min, até atingir a temperatura de patamar, mantida por 120 minutos. O resfriamento foi realizado a uma taxa de 2°C/min até a temperatura ambiente.



Figura 17. Corpos de prova confeccionados.

5.6. Ensaio Físicos e Mecânicos dos Corpos de Prova

5.6.1. Massa específica aparente

Para a determinação da densidade aparente das peças queimadas foi utilizado o método dimensional, de acordo com a norma ASTM C 373-72 (ASTM, 1977).

A densidade aparente é calculada utilizando a seguinte expressão:

$$\rho_{ap} = \frac{M}{V} \quad (2)$$

Onde: ρ_{ap} é a densidade aparente da peça queimada (g/cm^3); M é a massa (g) e V é o volume (cm^3) dos corpos de prova queimados.

5.6.2. Retração linear

A retração linear das peças queimadas (R_L) foi determinada com o auxílio de um paquímetro digital marca MITUTOYO (resolução $\pm 0,01\text{mm}$), através da seguinte expressão:

$$R_{Lq}(\%) = \frac{(L_s - L_q)}{L_s} 100 \quad (3)$$

Onde: L_s representa o comprimento do corpo de prova após secagem, e, L_q após a queima.

5.6.3. Absorção de água

O ensaio de absorção de água foi realizado de acordo com a norma ASTM C373-72. Os corpos de prova foram pesados e em seguida foram colocados em recipiente com água destilada e mantidos em água fervente por 2 horas, e resfriados submersos em água. Em seguida retira-se a água superficial de cada peça, registrando-se a massa (ASTM, 1977).

A absorção de água (AA) foi calculada de acordo com a seguinte expressão:

$$AA(\%) = \frac{(P_u - P_s)}{P_s} 100 \quad (4)$$

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

5.6.4. Tensão de ruptura à flexão

A tensão de ruptura à flexão em três pontos (σ) foi determinada de acordo com a norma ASTM C674-77 (ASTM, 1977). Calculada pela seguinte expressão:

$$(\sigma) = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (5)$$

Onde: σ é a tensão de ruptura à flexão, (MPa); P é a carga aplicada no corpo de prova no momento da ruptura, (Newton); L é a distância entre os cutelos de apoio, (mm); b é a largura do corpo de prova, (mm); e d é a espessura do corpo de prova, (mm).

5.7. Análise microestrutural

5.7.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As microestruturas das peças queimadas foram analisadas por meio de MEV, em amostras lixadas a 1200 mesh, bem como a região de fratura. foi utilizado um microscópio SSX-550 da SHIMADZU, modelo SEDX do LAMAV/UENF.

5.7.2. Microscopia Ótica

Para avaliar a superfície das amostras queimadas selecionadas foi usada, além do MEV, a microscopia ótica (MO) em microscópio MOTIC Agar-Scientific do LAMAV/UENF.

5.7.3. Difração de raios X (DRX)

A técnica de difração de raios X foi utilizada para determinação das fases cristalinas presentes nas peças queimadas. O equipamento utilizado foi o mesmo já citado no Item 5.3.1.

Capítulo 6. Resultados e discussão

6.1. Inertização do lodo de ETE

Na inertização do lodo foi usada cal hidratada calcítica da marca Super cal, este produto já é utilizado nas ETE's de Campos dos Goytacazes - RJ.

Após a coleta do material, pesando em torno de 80kg, uma amostra foi levada para o laboratório de solos do CCTA - UENF para realizar o teste de umidade. Primeiramente a amostra crua (ainda não inertizada) foi pesada retirando uma pequena quantidade para medir o pH (Figura 18), posteriormente colocada na estufa a uma temperatura de 65°C por 48h. Cessando às 48h obteve-se o valor de umidade que o lodo possuía, sendo em torno de 77%. A partir desse resultado foi calculada a quantidade de hidróxido de cálcio (cal) que seria utilizada.

A concentração mais adequada ao proposto foi o uso de 15% da cal em relação ao lodo seco. Deste modo, o pH se manteria próximo de 12 por 2 horas ou 11,5 por 48 horas após a aplicação, como preconiza o Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA 375 e 380 (2006).

A Caleação realizada no lodo de ETE da CAP - ETE de Chatuba de Campos dos Goytacazes - RJ se mostrou ineficaz uma vez que o pH aferia-se numa média de 7,66 e este deveria estar medindo 12 por 2h ou 11,5 por 48h conforme citado, como era esperado, o lodo coletado não estava inertizado, uma vez que na ETE se realiza a descontaminação de maneira aleatória sem saber a quantidade definida. A Tabela 17 mostra a medição no momento da coleta, ou seja, assim que chegou no laboratório de solos do CCTA - UENF.



Figura 18. Peagômetro utilizado para medição do pH do resíduo.

Tabela 17. pH do lodo de ETE no momento da coleta.

ID	pH no instante da coleta
1	7,4
2	7,81
3	7,78
Média	7,66

Após a inertização (Figura 19) foi coletado uma amostra para medição do pH, para investigar se estava de acordo com o CONAMA 375 e 380 (2006), chegou - se a conclusão que estava de acordo, pois conforme a Tabela 18 o pH estava aferindo uma média de 12,15, sete horas após a caleação, mostrando que foi inertizado com sucesso pois este deveria estar neste valor de 12 por 2h. Depois da caleação o lodo foi distribuído em 7 caixas de amianto forradas com plástico onde permaneceu armazenado até a realização completa dos experimentos. (Figura 20).



Figura 19. Caleação - processo de inertização do lodo de ETE.

Tabela 18. pH do lodo de ETE após caleação realizada na UENF.

ID	pH (7h depois da caleação)	pH (24h depois da caleação)
1	12,14	10,68
2	12,20	11,61
3	12,25	11,61
4	12,07	11,50
5	12,12	11,31
6	12,30	10,90
7	12,01	11,13
Média	12,15	11,24
0% (lodo crú)	8,73 caleação da ETE	8,71 caleação da ETE



Figura 20. Caixas onde o lodo de ETE ficou armazenado após inertização.

6.1.1. Análise microbiológica

Depois da caleação, foram realizados ensaios microbiológicos para averiguar se havia presença de microorganismos patogênicos, mais especificamente, a *salmonella sp.*, foram feitos testes bioquímicos como uréia e lisina por exemplo, para obtenção dos resultados. A não ocorrência deste microorganismo se confirmaria o sucesso da inertização.

Foram utilizados meios e reagentes para tais ensaios como: Água Peptonada (A.P.), Rappaport (Ra), Selenito (Se) (meios líquidos), Verde Brilhante (V.B.) e Hecktoen (He) (meios sólidos); inicialmente foi colocado 1g do lodo tratado e 1g do lodo cru (para controle) em tubos de ensaio contendo 10ml de (A.P.) cada tubo, misturado com água destilada, estes foram colocados em estufa a 35°C por 24h.

Após as 24h foi retirado o caldo bacteriano que cresceu na incubação (A.P. com lodo), este foi colocado nos tubos contendo Rappaport (100µl) e Selenito (1ml) após a incubação com lodo, os tubos com Rappaport foram colocados no aparelho de banho-maria a 42°C e os com selenito foram colocados em estufa a 35°C ambos por 24h.

Os meios sólidos verde brilhante e hecktoen foram depositados em placas de petri, sendo este processo realizado dentro de um fluxo laminar para que evitasse possível contaminação e depois de prontos permaneceram no fluxo até solidificarem, após 24h foram retirados os meios Rappaport do aparelho banho-maria e selenito da estufa para se realizar o plaqueamento.

O plaqueamento foi feito no fluxo laminar utilizando alça de platina e lamparina (Figura 21); com a alça se pôs o caldo bacteriano que cresceu nos meios (Ra) e (Se) e se riscou as placas. Na Figura 22 se encontra o esquema de como a alça deveria ser descarregada nas

placas, após o plaqueamento, as placas foram colocadas em estufa a 35°C por 48h para verificar possíveis colônias. Após incubação, as placas foram retiradas da estufa e foram analisadas.

Todas que apresentaram colônias totalmente enegrecida, foram separadas como suspeitas de serem *salmonela sp.* (Figura 23), esta coloração é característica de bactérias que produzem ácido sulfídrico (H₂S), as que estavam isoladas foram pescadas com alça e se realizaram os testes bioquímicos para confirmação (Figura 24), primeiramente colocaram-se nos tubos contendo uréia e levados em estufa a 35°C por 24h posteriormente foram colocados em lisina e outros meios, como o TSI.

Nos testes bioquímicos o resultado foi negativo para a *salmonela sp.*, demonstrando que a inertização do lodo de ETE se mostrou eficaz.



Figura 21. Plaqueamento deve ser feito no fluxo laminar utilizando alça de platina e lamparina.

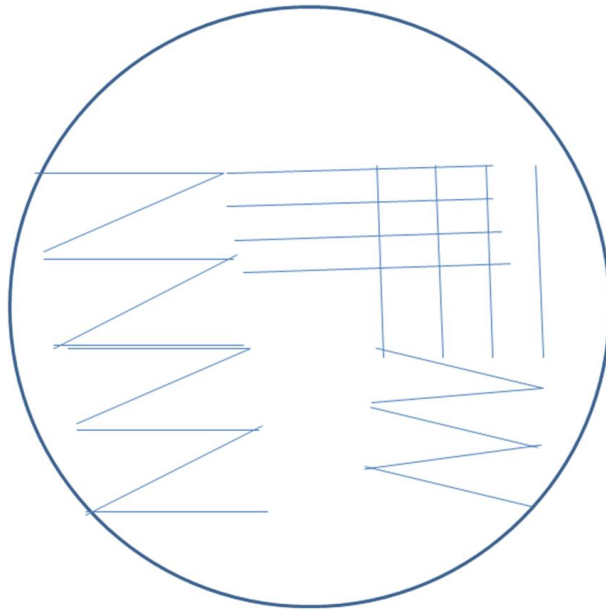


Figura 22. Esquema demonstrando como deve ser descarregada a alça na placa.

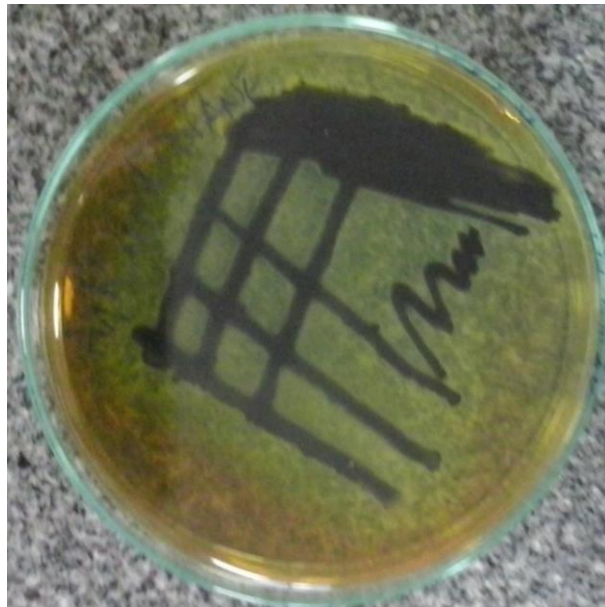


Figura 23. Placa apresentando colônia enegrecida.

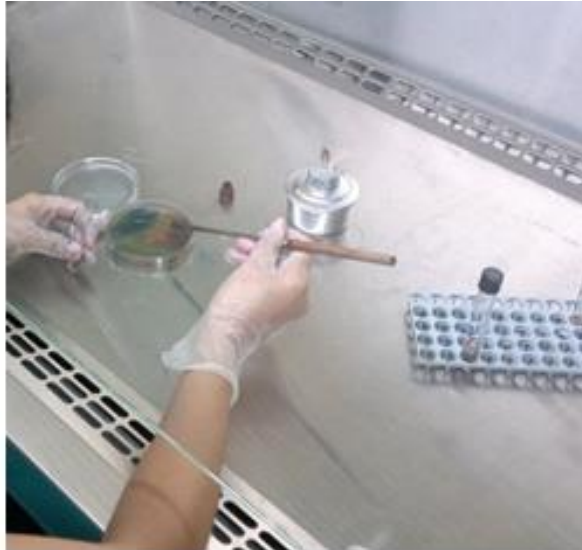


Figura 24. Forma de como realizar o teste bioquímico.

6.2. Caracterização das matérias primas Utilizadas

6.2.1. Análise mineralógica

A Figura 25 apresenta o difratograma de raios X do resíduo de estação de tratamento de esgoto utilizado neste trabalho. Nota-se que o resíduo de ETE é constituído principalmente de carbonato de cálcio ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$), gypsum ($\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), quartzo (SiO_2), heterosite, syn ($\text{Fe}(\text{PO}_4)$), tendo também a presença dos seguintes minerais: caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), muscovita ($\text{K Al}_2 (\text{Si}_3 \text{ Al}) \text{O}_{10} (\text{OH}, \text{F})_2$), e rutilo (TiO_2). Estes resultados corroboram com o resultado da análise química por FRX mostrados na Tabela 19, também com os resultados da análise mineralógica de Fontes (2003).

As presenças de $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ e $\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ provavelmente se dá devido ao tratamento que este resíduo recebe com hidróxido de cálcio (cal hidratada) no processo de desinfecção do lodo na ETE e também do processo de inertização recebido após a coleta, já no laboratório. A presença de $\text{Fe}(\text{PO}_4)$ se dá possivelmente devido ao processo de tratamento do tanque aeróbio em que o lodo é digerido por bactérias aeróbias, neste processo recebe cloreto férrico para regular alguns parâmetros como pH e cor.

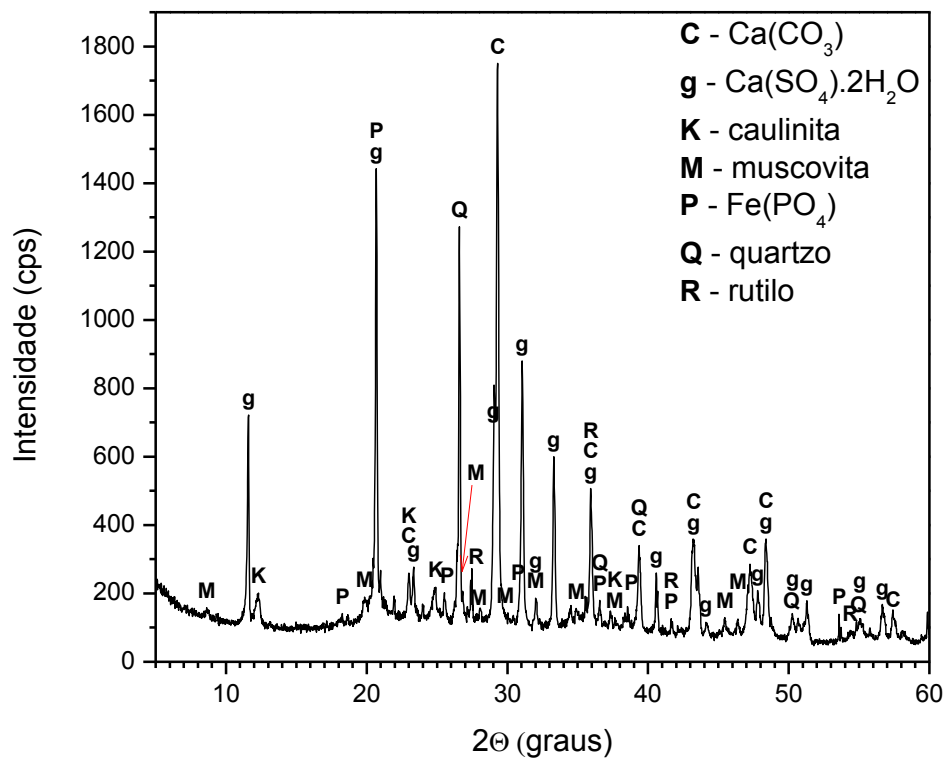


Figura 25. Difratoograma de raios X do lodo de ETE.

Na Figura 26 é apresentado o difratograma de raios X da massa cerâmica. Pode-se observar que a massa cerâmica é rica principalmente em caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e quartzo (SiO_2). Foram também identificados as presenças de albita ($\text{Na}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$), gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$), muscovita ($\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), montmorilonita ($(\text{Ca}, \text{Na})\text{O} \cdot 3\text{Al}_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) e ortoclásio ($\text{K}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$). Estes resultados conferem os resultados da análise química por FRX, Tabela 20.

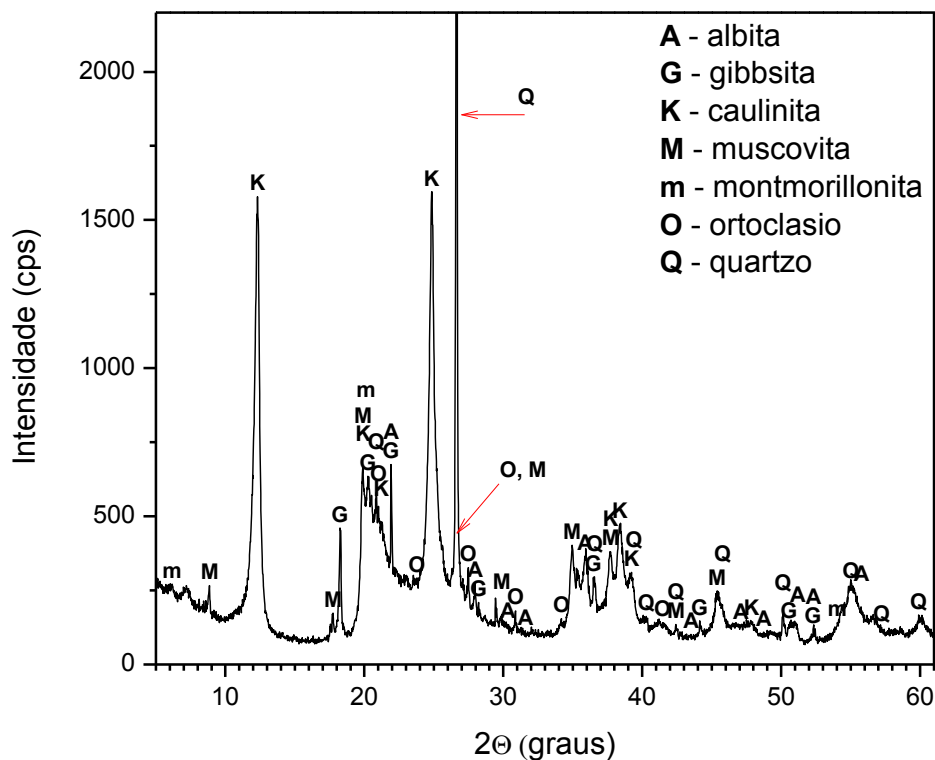


Figura 26. Difratoograma de raios X da massa cerâmica.

6.2.2. Análise química por fluorescência de Raios X (FRX)

As Tabelas 19 e 20 apresentam os resultados da composição química e perda ao fogo das matérias-primas utilizadas. Pode-se observar que o resíduo de ETE é constituído essencialmente por Al_2O_3 , SiO_2 , CaO e Fe_2O_3 , que correspondem à cerca de 43,65%, com predominância de sílica e óxido de cálcio. Estes compostos estão presentes no resíduo de ETE associados a minerais como: caulinita e quartzo, a alumina e a sílica podem estar associadas formando a caulinita e a muscovita.

Nota-se que o resíduo de ETE apresenta baixo teor de óxido fundente (K_2O) exceto óxido de cálcio e ferro. A presença destes elementos é justificada pelo uso do floculante a base de cloreto, no tratamento do efluente e pela própria composição do efluente, o qual contém materiais em suspensão, como areia e materiais argilosos.

O resíduo de ETE possui elevada perda ao fogo da ordem de 43,57% em peso. De acordo com Oliveira (2004), isto se deve principalmente à perda de água de constituição dos argilominerais, a desidratação de hidróxidos e a oxidação da matéria-orgânica.

Tabela 19. Composição química do lodo de ETE (% em peso).

Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	MnO	Na ₂ O	CaO	P ₂ O ₅
8,83	14,26	7,78	0,71	0,76	< 0,05	0,19	12,78	2,04
TiO ₂	BaO	Co ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	PbO	SrO	ZnO	ZrO ₂ +HfO ₂	PF
0,63	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	0,11	< 0,10	43,57

PF= Perda ao fogo

Na Tabela 20 são apresentados os resultados da composição química da massa cerâmica. A massa cerâmica é constituída quimicamente por SiO₂ (62,98%), Al₂O₃ (21,23%) sendo estes seus compostos majoritários com predominância de sílica. Estes resultados estão de acordo com os resultados de difração de raios-X (Figuras 25 e 26).

Na massa cerâmica, a sílica (SiO₂) apresenta-se normalmente na forma de sílica livre (quartzo) ou presentes nos minerais argilosos. A alumina (Al₂O₃) que é o segundo elemento mais abundante encontra-se quase sempre formando parte da estrutura dos aluminossilicatos como a caulinita e minerais micáceos e também da gibbsita. Ainda seguindo a Tabela 20, observa-se à presença de óxidos fundentes como óxido de potássio e óxido de cálcio (K₂O e CaO). O CaO é mais escasso com teor de 0,35%, enquanto o K₂O está em torno de 1,21%.

Segundo Holanda e Vieira (2002), os solos da região de Campos dos Goytacazes-RJ são provenientes de sedimentos quaternários, originados de processos de decantação de material sílico-argiloso da carga de suspensão, após eventos de enchentes do Rio Paraíba do Sul. Deve-se ressaltar que é do Rio Paraíba a retirada de água para o abastecimento do município. Isto justifica o fato da constituição do resíduo de ETE ser semelhante às argilas usadas no polo de cerâmica da região de Campos dos Goytacazes-RJ.

Do ponto de vista químico, o resíduo de ETE é constituído essencialmente por Al₂O₃, SiO₂, CaO e Fe₂O₃ que corresponde a 43,65% já a massa cerâmica é constituída essencialmente por Al₂O₃ e SiO₂ correspondendo a 84,21%. No entanto, podem ser observadas pequenas, mas importantes diferenças na composição química destes materiais. A massa cerâmica apresenta maior presença de quartzo em sua constituição, 62,98% em peso. O SiO₂ quando se mostra na forma livre diminui a plasticidade do solo. Dessa maneira a massa cerâmica estudada apresenta menor plasticidade em relação ao resíduo de ETE.

Tabela 20. Composição química da massa cerâmica (% em peso).

Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	MnO	Na ₂ O	CaO	P ₂ O ₅
21,23	62,98	2,73	1,21	0,48	< 0,05	0,38	0,35	0,08
TiO ₂	BaO	Co ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	PbO	SrO	ZnO	ZrO ₂ +HfO ₂	PF
0,89	< 0,10	< 0,10	< 0,10	<0,10	0,07	< 0,10	< 0,10	9,47

PF= Perda ao fogo

6.2.2.1. Composição química, Avaliação do carbono total, matéria orgânica e pH.

De acordo com os resultados da análise química elementar do lodo de ETE, nota-se que Ca, C, Fe N, P₂O₅ e S, têm uma concentração considerável e a presença destes elementos justificam a ocorrência e identificação dos picos de raios X.

Observa-se a existência de metais pesados, embora estes elementos não se apresentem em valores muito significativos, são estes: chumbo (Pb), cromo (Cr) e cádmio (Cd), conforme indicado na Tabela 21. Se o extrato fosse lixiviado nesta pesquisa, os teores de metais pesados aqui citados estariam de acordo com a norma ABNT, NBR10005.

A Tabela 21 também apresenta algumas características importantes do resíduo de ETE. O pH do lodo de ETE é da ordem de 8,00; o que pode ser considerado como média acidez de acordo com a EMBRAPA (1999). Os resultados também mostram que o resíduo de ETE apresenta altos valores de matéria orgânica e de carbono, ambos na ordem de 129,6g/kg, em torno de 39,39%.

Estes valores são adequados para utilização em cerâmica vermelha. Assim, o surgimento de defeitos como eflorescência e coração negro não devem ser esperados em produtos de cerâmica vermelha contendo resíduo de ETE. A matéria orgânica encontrada contribui para aumentar a plasticidade do resíduo.

Em geral, a matéria orgânica ocorre em massas argilosas na forma de linhito, ceras e derivados de ácidos húmicos (OLIVEIRA, 2004). O resíduo de ETE incorporado à massa cerâmica e queimado nas temperaturas investigadas de 850 e 950°C apresentou cor vermelha. Esta cor é típica dos produtos de cerâmica

vermelha e se deve ao teor relativamente elevado de Fe_2O_3 , como mostrado na Tabela 19.

Tabela 21. Composição química (análise elementar do lodo de ETE).

Parâmetros	Unidades	Lodo
pH	-	8,0
U	%	38,2
N	g/kg	15,75
P_2O_5	g/kg	13,40
K_2O	g/kg	1,47
Ca	g/kg	111,70
Mg	g/kg	3,07
S	g/kg	12,53
C	g/kg	129,6
Fe	g/kg	40.300
Cd	g/kg	0,000214
Cr	g/kg	0,000268
Pb	g/kg	0,00022

6.2.2.2. Poder calorífico

O poder calorífico de um material é expresso pelo conteúdo de energia que é liberada quando o material é queimado no ar. Divide-se em poder calorífico superior e inferior. O poder calorífico superior (PCS), refere-se à quantidade de calorias liberadas por um material em sua combustão completa, expresso em calorias por grama (cal/g) ou quilocaloria/quilograma (kcal/kg). Quanto maior for este parâmetro, maior será a energia contida no combustível (CARVALHO JÚNIOR, 2010).

No PCS a água formada durante o processo de combustão é condensada, recuperando o calor derivado da condensação (QUIRINO *et al.*, 2005). A quantidade de calor liberado durante a condensação do vapor de água e arrefecimento dos produtos da combustão é considerada até 25°C (SOUZA, 2010).

O valor do poder calorífico superior (PCS) do resíduo de esgoto aqui estudado é de 1.610536kcal/Kg. Os valores de poder calorífico estão diretamente relacionados com as porcentagens de carbono do resíduo, o resultado encontrado

do carbono total para o lodo de ETE na análise elementar (Tabela 21), se apresenta em torno de 39,39% em peso.

O elevado teor de carbono indica que a combustão do material ocorre rapidamente e a liberação de energia durante o processo de queima torna o lodo de ETE um resíduo importante para o processo de queima da cerâmica pois, durante esse processo há economia de energia e menor tempo de queima.

6.2.3. Análises térmicas

O comportamento térmico do resíduo de ETE e da massa cerâmica foi estudado por meio de análise termogravimétrica (ATG). Também foi realizada análise térmica diferencial (ATD) da massa cerâmica bem como calorimetria exploratória diferencial (DSC) do lodo de ETE. Adiante será discorrida cada uma destas.

A análise termogravimétrica controla a variação da massa com o aquecimento do material, possibilita o estudo do comportamento das matérias primas quando são submetidas ao aquecimento, e também, possibilita a complementação da caracterização mineralógica desses materiais através da análise de DRX.

A Figura 27 apresenta as curvas da análise termogravimétrica (ATG/DTG) do resíduo de ETE. Foram utilizados 2.9390mg de resíduo, atmosfera de N₂ na faixa de temperatura de 0 a 800°C. Nota-se que nessa figura existem quatro eventos térmicos em 53,9°C, 126°C, 288,1°C e 619,4°C, acompanhados por uma significativa perda de massa (medida TG) na amostra do resíduo estudado.

Em 53,9°C ocorre um evento que possivelmente corresponde à remoção de água fisicamente adsorvida típico de materiais argilosos, este evento apresenta uma perda de massa de 5%. O resíduo de ETE é rico em Ca (CO₃) (Figura 25).

A 126°C há uma perda de massa de 2,7% possivelmente este fato se deve pela presença dos argilominerais na amostra, como confirmado na análise de DRX.

Em torno de 288,1°C ocorre maior liberação de energia (pico exotérmico) e conseqüentemente a maior perda de massa (34,2%). Esse fato pode ser explicado pela decomposição da matéria orgânica bem como pela queima do carbono e materiais voláteis que liberam grande quantidade de calor. Este resultado mostra que este resíduo pode contribuir para a economia de energia durante a etapa de queima da cerâmica por promover calor.

A 619,4°C houve uma perda de massa de 4,4% este evento provavelmente está associado principalmente a desidroxilação da caulinita, levando a formação da metacaulinita.

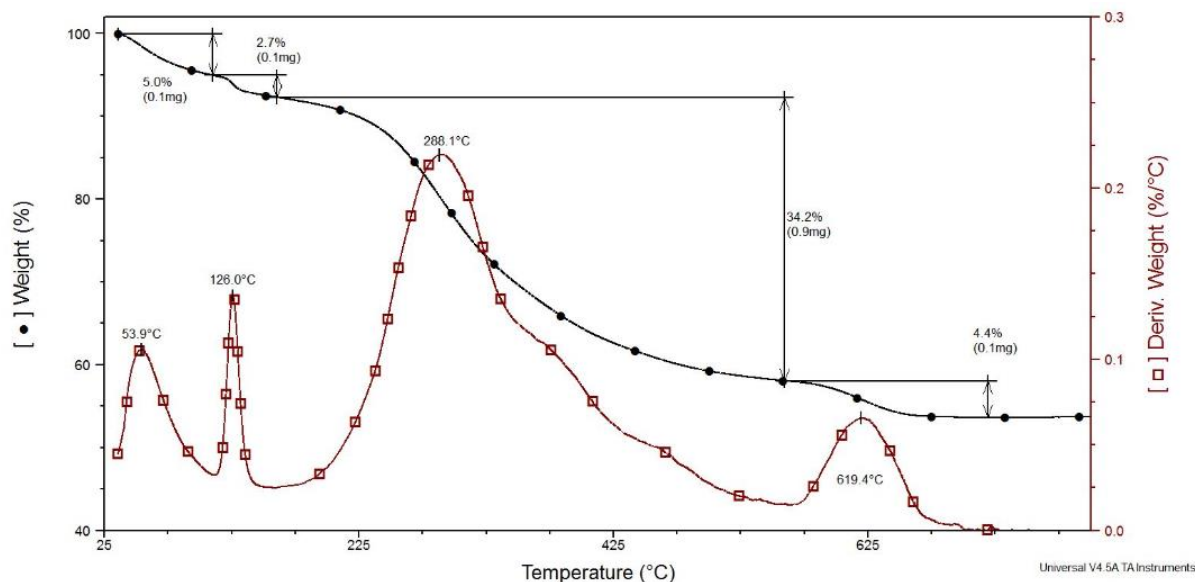


Figura 27. Curvas de análise termogravimétrica (ATG) para o lodo de ETE.

Na figura 28 é apresentada a análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC/TG) do lodo de ETE, realizada principalmente para verificar a transição térmica e o comportamento de degradação do resíduo.

A taxa de aquecimento escolhida foi de 10°C/min com variação de 0 a 900° C, a massa da amostra foi 12 mg e as análises foram executadas em atmosfera a ar. Os resultados são apresentados na forma de microvolts (μV) versus a temperatura.

Nota-se que por volta de 60,65°C há um pico endotérmico o que caracteriza a perda de umidade do material, associado a uma razoável perda de massa.

O pico endotérmico a aproximadamente 135,12°C, com rara perda de massa, possivelmente é devido à perda de água adsorvida da amostra.

Há uma reação exotérmica, estes resultados mostram que o lodo de ETE libera calor numa faixa de temperatura compreendida entre aproximadamente 300 a 600 °C, com pico a 355,53°C. Este calor liberado vai contribuir para a economia de combustível durante a etapa de pré-queima da cerâmica. Resíduos fibrosos, como o lodo, quando incorporados em materiais cerâmicos, funcionam como fontes de energia durante a etapa de queima propiciando economia de energia.

Por fim, é provável que a reação endotérmica que ocorre a 669,72°C esteja associado à decomposição da caulinita.

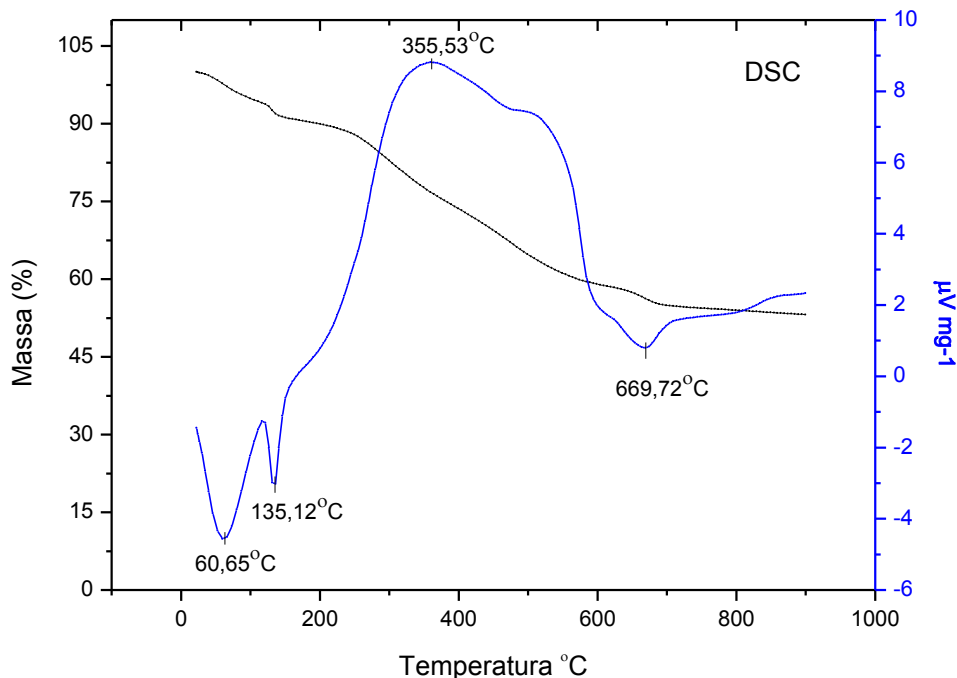


Figura 28. Curvas de DSC/TG do lodo de ETE.

A Figura 29 apresenta a análise termogravimétrica (ATG/DTG) da massa cerâmica. Pode-se observar que a massa cerâmica tem uma perda de massa total de 16,4% indicando uma razoável coerência com o percentual de perda ao fogo apresentado na Tabela 20.

Nota-se que nas temperaturas iniciais há uma perda de massa igual a 2,4% essa perda de massa inicial está atribuída à perda da água de umidade e absorvida. Posteriormente, a 252,3°C há um pico exotérmico com perda de massa equivalente a 2,6% essa perda de massa é atribuída à decomposição dos hidróxidos como por exemplo a gibbsita identificada no DRX. A aproximadamente a 475,2°C há um outro evento exotérmico com maior perda de massa correspondendo a 11,4% essa perda de massa está associada à combustão de material orgânico ainda presente na amostra, quando ocorre um elevado valor de perda ao fogo e também está relacionada às perdas decorrentes dos processos de desidroxilação dos argilominerais como caulinita, gibbsita e muscovita também identificadas no DRX.

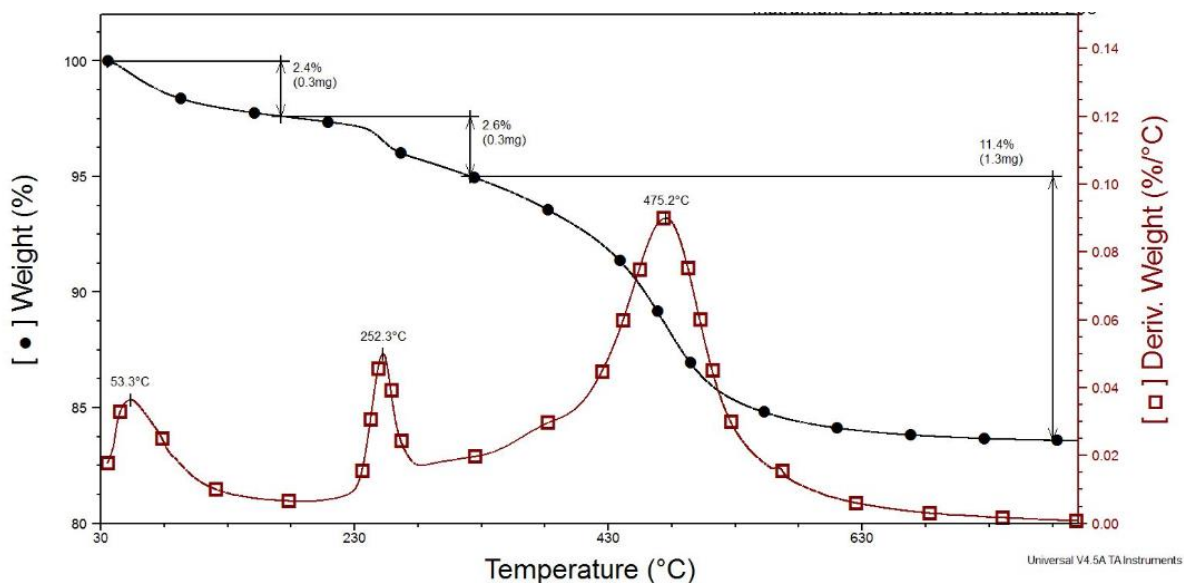


Figura 29. Curvas de análise termogravimétrica (ATG) para a massa cerâmica.

A Figura 30 apresenta as curvas de análise térmica diferencial (ATD) da massa cerâmica. Esta análise complementa a caracterização mineralógica por DRX das matérias-primas e permite conhecer o comportamento térmico destas. Inicialmente há três picos endotérmicos, o primeiro a aproximadamente 113,31°C possivelmente este corresponde à eliminação da água adsorvida presente na amostra.

O segundo apresenta um pico em torno de 317,50°C, provavelmente este está relacionado à desidroxilação da gibbsita confirmando o resultado de difração de raios X.

O terceiro evento que é por volta de 585,41°C possivelmente este está associado a combustão das substâncias orgânicas (liberação de CO, CO₂ e SO₂). Também pode estar relacionado à transformação alotrópica do quartzo bem como a liberação de água de constituição dos argilominerais, conhecidos processos de desidroxilação, como a desidroxilação da caulinita como mostrado no DRX.

Finalmente, apresenta um evento exotérmico a aproximadamente 952,73°C, esse evento pode estar associado à decomposição da metacaulinita com a formação de novas fases (SANTOS, 1989) bem como está relacionado com rearranjos com a sílica e a alumina remanescentes e outros elementos para a formação de novas fases cristalinas.

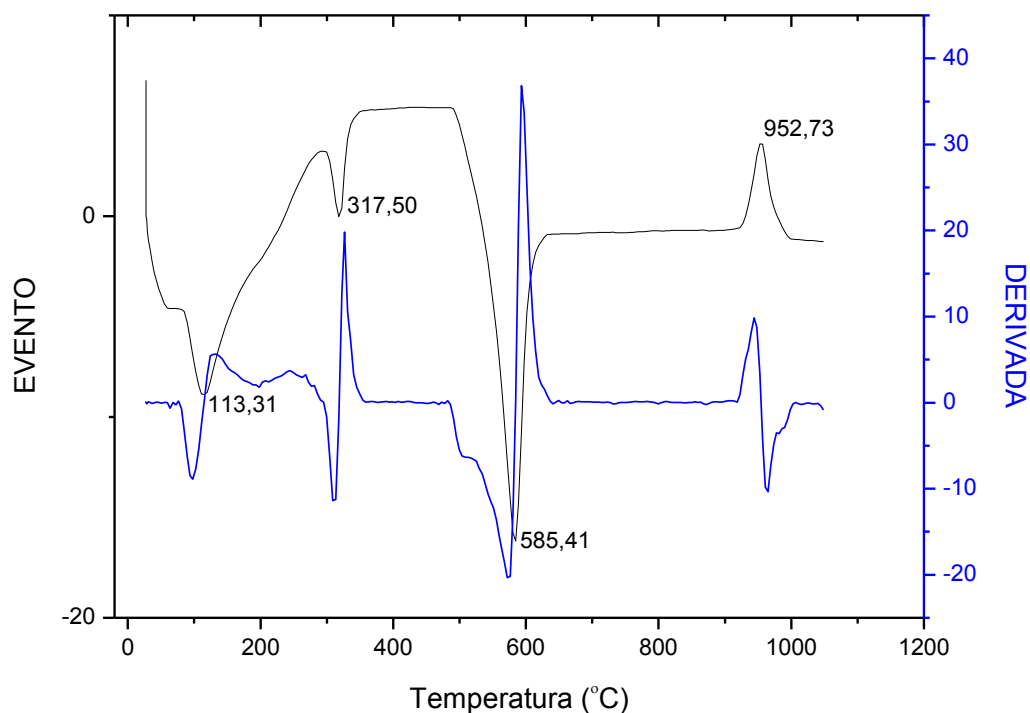


Figura 30. Curvas de análise térmica diferencial (ATD) para a massa cerâmica.

6.2.4. Análise granulométrica

A Figura 32 é apresentada a distribuição de tamanho de partículas da massa cerâmica e do lodo de ETE.

Na curva de distribuição granulométrica da massa cerâmica, observa-se que o teor de argilomineral ou “fração argila” é de 19% em massa. A “fração argila” está associada com tamanho de partícula inferior a 2 μm e confere à massa cerâmica plasticidade em mistura com água, possibilitando assim alcançar uma consistência plástica que possibilita conformar as peças por extrusão. O teor de silte é de 80% (entre 2 e 20 μm) e o teor de areia é de 1% (partículas maiores de 20 μm).

Na curva de distribuição granulométrica do resíduo, observa-se que o teor de argilomineral ou “fração argila” é de 7% em massa. O teor de silte é de 66% e o teor de areia é de 26%.

Pode - se observar que o resíduo apresenta partículas com tamanho inferior a 0,1 mm. Isto significa que o resíduo de esgoto é semelhante em tamanho de partículas em comparação com a argila comum, para os quais o tamanho de

partícula habitual, conhecida como a "fração de argila", deve ser menor do que 0,002 mm.

A análise granulométrica do resíduo apresenta boa parte das suas partículas com tamanho acima de 0,02 mm, o que corresponde a assim chamada "fração de areia" (ABAJO, 2000). Isto indica que antes da incorporação em cerâmica vermelha seria necessário um beneficiamento adicional de redução de tamanho de partícula por peneiramento, pois a granulometria relativamente grosseira do lodo pode prejudicar a redução da sua viscosidade e conseqüentemente a molhabilidade e consolidação das partículas durante a etapa de queima da cerâmica.

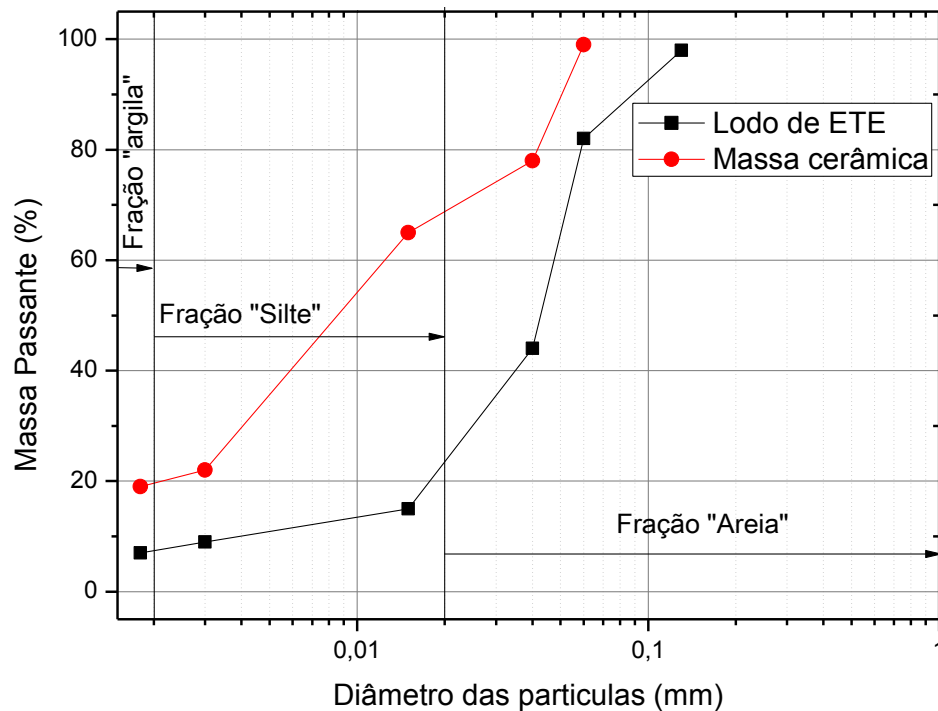


Figura 31. Distribuição de tamanho de partículas da massa cerâmica e do lodo de ETE.

6.2.5. Plasticidade

A Tabela 22 apresenta os valores dos limites de consistência de Atterberg da massa cerâmica. Os limites de consistência são as variáveis que melhor expressam as condições de trabalhabilidade dos solos. O limite de liquidez (LL) está relacionado à quantidade de água em que o material apresenta uma consistência de lama,

ultrapassando assim, a faixa de consistência plástica. O limite de plasticidade (LP) está relacionado à quantidade de água mínima necessária para que o estado de consistência plástica seja adquirido. O índice de plasticidade (IP) representa a diferença entre LL e LP indicando a faixa de consistência plástica. Valores elevados podem conduzir a maiores dificuldades no destorroamento e também no processo de mistura dos componentes.

Nota-se que a massa cerâmica apresenta 36,9% do limite de liquidez, 19,5% do limite de plasticidade e 17,4% do índice de plasticidade.

Tabela 22. Limites de consistência de Atterberg da massa cerâmica (%).

Limite de Liquidez	Limite de Plasticidade	Índice de Plasticidade
36,9	19,5	17,4

Na Tabela 23 são apresentados os valores dos limites de consistência de Atterberg do lodo de ETE misturado à massa cerâmica, incorporado com 0 e 15% de resíduo de ETE. Observa-se que o efeito da incorporação do resíduo é o aumento da plasticidade global das misturas massa cerâmica x resíduo. Quando comparado com a massa cerâmica pura (Tabela 22), observa-se que a incorporação de resíduo de ETE modifica significativamente o comportamento de plasticidade da massa cerâmica. Isto se deve não somente ao fato do resíduo de ETE ser rico em partículas finas de argilominerais, como a caulinita, mas também ser rico em matéria orgânica.

Tabela 23. Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas (massa cerâmica x lodo de ETE) (%).

Massas cerâmicas	Limite de Liquidez	Limite de Plasticidade	Índice de Plasticidade
0% lodo de ETE	36,9	19,5	17,4
15% lodo de ETE	43,1	28,1	15,1

A Figura 32 apresenta os resultados plotados em gráfico elaborado com os limites de plasticidade de Atterberg que delimita regiões de extrusão ótima e

aceitável (MARSIGLI, DONDI, 1997). Com este gráfico pode-se estudar a trabalhabilidade de extrusão das formulações. Observa-se no gráfico que a formulação de 0% se encontra dentro da faixa considerada extrusão ótima, já a formulação de 15% se encontra dentro da faixa considerada extrusão aceitável indicando que a incorporação deste resíduo em massa argilosa, pode ser efetuada na composição em peso aqui estudada de modo a não comprometer a trabalhabilidade da formulação.

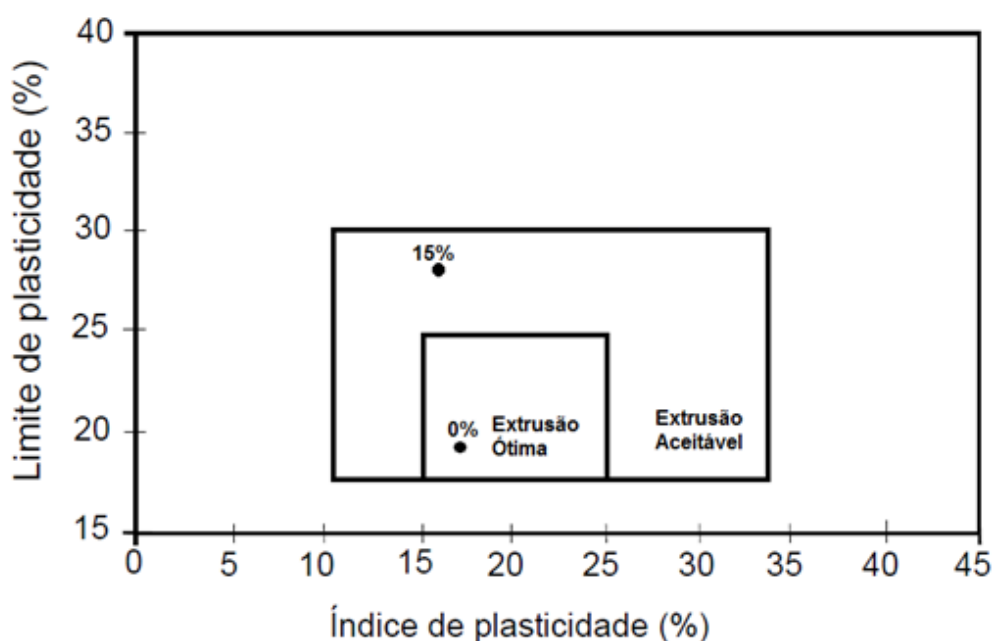


Figura 32. Prognóstico de extrusão por meio dos Limites de Atterberg.

6.2.6. Ensaios Físicos e Mecânicos dos Corpos de Prova

6.2.6.1. Massa específica aparente

A densidade aparente é uma propriedade de grande importância tecnológica, pois indica o grau de empacotamento das partículas. Sendo importante ressaltar que uma elevada densidade é favorável aos processos de sinterização, em contrapartida, pode ser prejudicial à prévia de secagem e na eliminação de matéria orgânica nas temperaturas iniciais de queima, devido à redução da permeabilidade das peças cerâmicas podendo causar trincas.

A Figura 33 apresenta o efeito da adição do lodo de ETE na densidade aparente das cerâmicas, onde pode ser observada uma tendência de redução da

densidade à medida que aumenta o percentual de lodo. Estes resultados são concordantes com MARGEM (2008).

A adição do resíduo na massa cerâmica provocou diminuição do empacotamento desta massa argilosa já que a densidade aparente se manteve menor quanto maior o teor do lodo incorporado.

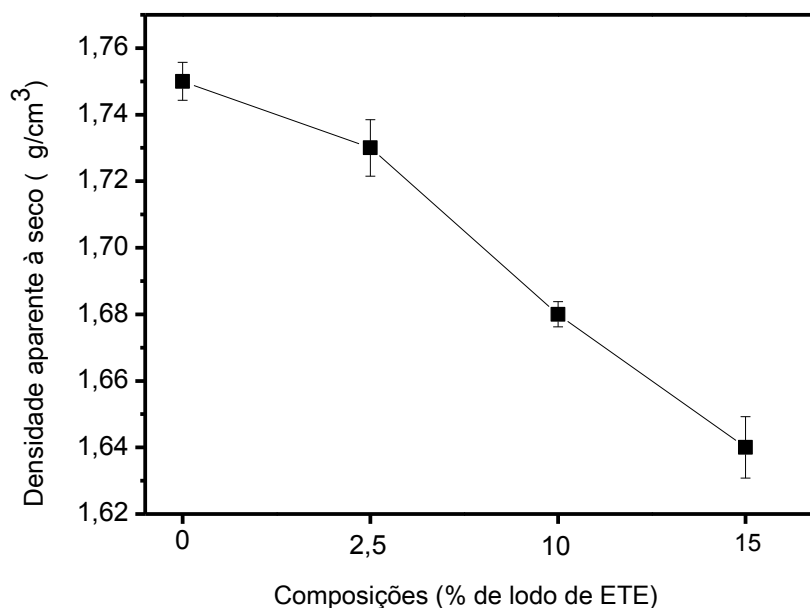


Figura 33. Densidade aparente a seco das composições.

6.2.6.2. Retração linear

O ensaio de retração linear para a classificação cerâmica não é um parâmetro normatizados pelas NBR's, mas é um importante parâmetro e deve ser levado em consideração, pois quando a cerâmica apresenta-se porosa, ela é caracterizada por baixa retração, na ordem de 3%, o semi-poroso é caracterizado por uma retração de 4-6% e o gresificado por uma retração linear de 8%. BORLINI (2002) *apud* BORGIO (2005).

A retração que as peças de cerâmica vermelha sofrem durante a etapa de secagem é um parâmetro de grande importância tecnológica. Durante a secagem são geradas tensões que podem levar ao aparecimento de defeitos que comprometem a qualidade das peças (VIEIRA *et al.*, 2003).

A Figura 34 apresenta a retração linear de queima (RLQ) das cerâmicas queimadas. Durante o aquecimento, além da sinterização, ocorrem decomposição e transformações de fases. A sinterização tende a fechar os poros do corpo prensado,

o que é acompanhado por retração linear. Porém, a extensão desta retração depende dos efeitos das demais reações sobre as dimensões da estrutura.

A sinterização, seja por qual mecanismo ela ocorra, tende a diminuir a área superficial do corpo. Isto inclui a diminuição de volume dos poros. Como consequência, a estrutura contrai. Quanto mais avançada é a sinterização, maior será a retração linear e absorção de água, uma vez que a absorção de água é uma medição do volume dos poros interligados com a superfície da amostra, denominada porosidade aberta. As medidas de retração linear e de absorção de água estão, portanto, diretamente relacionadas.

Para todas as composições utilizadas com a adição de lodo de ETE, a absorção de água e a retração linear aumentaram com o aumento da temperatura de sinterização.

Nota-se que nas temperaturas de 850 e 950°C, há variação insignificante da RLQ da argila com a incorporação do resíduo lodo de ETE. Na temperatura de 850°C para a composição de 15% houve uma razoável retração possivelmente devido a sinterização das partículas de pequeno tamanho associados sobretudo aos argilominerais, já as composições de 0; 2,5 e 10% não retraíram mas apresentaram uma expansão, provavelmente devido ao aprisionamento de gases (gás carbônico) na peça durante a queima, e também possivelmente devido ao teor relativamente elevado da fração “areia”. A partir de 950°C pode-se notar o acréscimo da retração linear para todas as amostras com lodo incorporado.

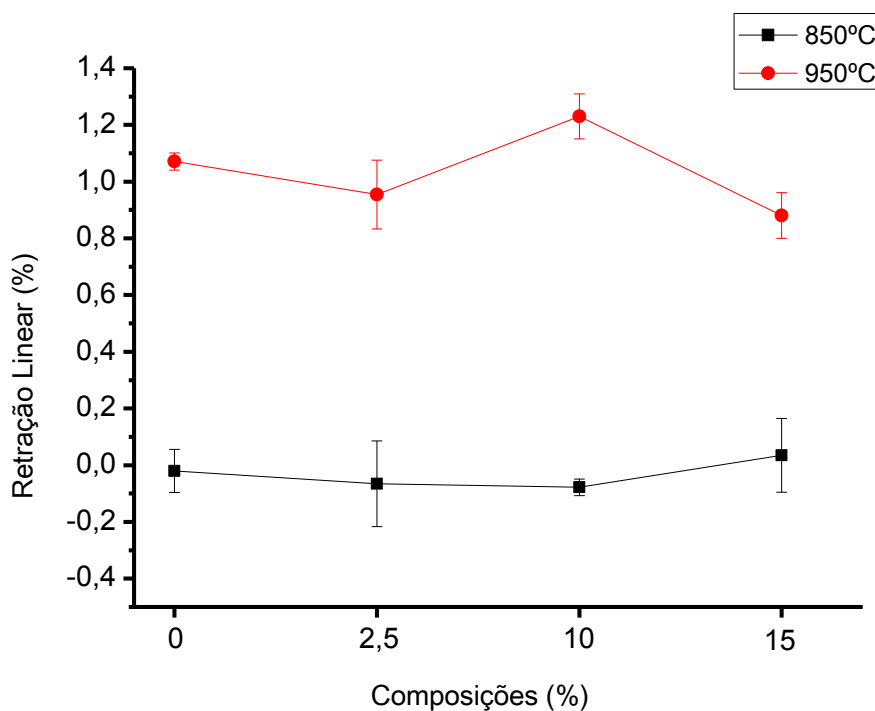


Figura 34. Retração linear das peças queimadas.

6.2.6.3. Absorção de água

A Figura 35 apresenta a absorção de água das massas cerâmicas queimadas a 850 e 950°C, em função do teor de resíduo de esgoto incorporado. Os resultados indicaram que com o aumento do teor do lodo de ETE e da temperatura de queima, os valores de absorção de água aumentam.

Em geral, quanto maior a quantidade do resíduo incorporado à massa cerâmica maior será a absorção de água. Nota - se que houve aumento da absorção de água para todas as composições com o aumento da temperatura de sinterização.

Para tijolos segundo a norma (ABNT NBR15270-1, 2005) o índice de Absorção de água não deve ser inferior a 8% nem superior a 22%. Já a norma (ABNT NBR 15310, 2009) indica que o limite máximo admissível da absorção de água para telhas cerâmicas é de 20%. É possível observar que os valores de AA das peças sem incorporação do resíduo, nas temperaturas investigadas uma não se enquadraram na norma para fabricação de telhas, a de 950°C.

A incorporação de 10 e 15% do resíduo lodo de ETE influenciou as propriedades investigadas, mas de forma limitada. Nota-se que na temperatura de 850°C as peças cerâmicas incorporadas com 10 e 15% de resíduo apresentaram absorção de água dentro da norma, atingindo aproximadamente 19,5 e 21,5%

respectivamente, enquanto que para aquelas queimadas a 950°C ultrapassou o limite permitido.

Assim, nota-se que as peças cerâmicas com melhores resultados foram as com teores de lodo de ETE de 0 e 2,5 % queimadas nas 2 temperaturas investigadas mas a melhor foi a de 850 °C pois as amostras de 0 e 2,5% estão dentro da norma, estando dentro da faixa permitida tanto para a produção de telhas quanto para blocos de vedação, já estas mesmas amostras queimadas a 950°C ultrapassaram os valores permitidos para confecção de telhas, estando numa faixa aceitável somente para a produção de blocos de vedação. Entretanto, peças com 10 e 15%, a 950°C não se enquadraram dentro das referidas normas.

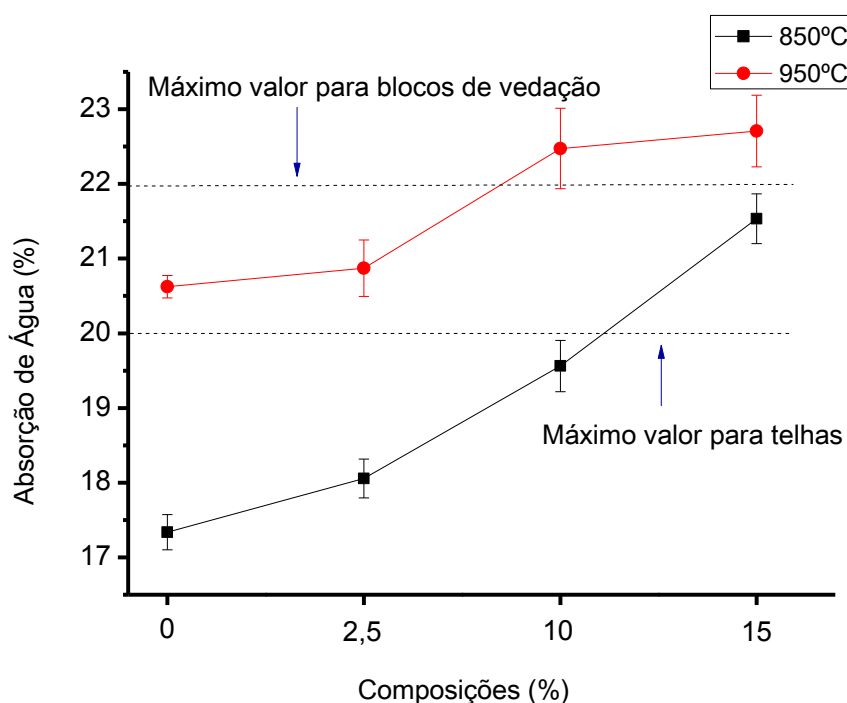


Figura 35. Absorção de água em função do teor do lodo de ETE incorporado e da temperatura de queima.

6.2.6.4. Tensão de ruptura à flexão

Na Figura 36 é mostrado o resultado da resistência mecânica, os valores de tensão de ruptura estão relacionados, principalmente, à quantidade de poros presentes na estrutura.

Nota-se que há pouca variação da resistência mecânica da argila com a incorporação do resíduo de ETE na temperatura de 850°C já na temperatura de 950°C há significativa variação da tensão de ruptura à flexão, sobretudo nas amostras com incorporação de 10 e 15% do lodo de ETE.

Na temperatura de 850°C a composição de 2,5% apresenta um pequeno aumento da resistência mecânica, já as composições de 10% e 15% apresentam uma pequena redução da resistência mecânica em comparação com a argila pura. Isto ocorre devido ao caráter inerte do resíduo nesta temperatura, que dificulta as reações de sinterização na argila e atuando, possivelmente, como concentrador de tensões.

Na temperatura de 950°C ocorreu um acréscimo da resistência mecânica na composição sem resíduo, e, nas composições com resíduo incorporado também, destes com o resíduo incorporado o que prevaleceu foi à amostra com 2,5%.

A tensão de ruptura para queima em 850°C com 2,5% de lodo adicionado, se mostrou num valor maior do que a tensão da argila sem resíduo, queimada numa mesma temperatura, da mesma forma que os resultados preconizados por DÍAZ *et al.* (2013).

Para alguns corpos de prova que têm adição do lodo, a resistência mecânica diminuiu em comparação com a amostra de 0%, sendo as amostras com incorporação de 15% queimada à 850°C, e, para amostras de 2,5; 10 e 15% queimadas à 950°C, esta diminuição da resistência mecânica é devido à combustão da matéria orgânica que produz gases, formando poros na amostra queimada, isso deixa a peça com uma resistência mecânica menor.

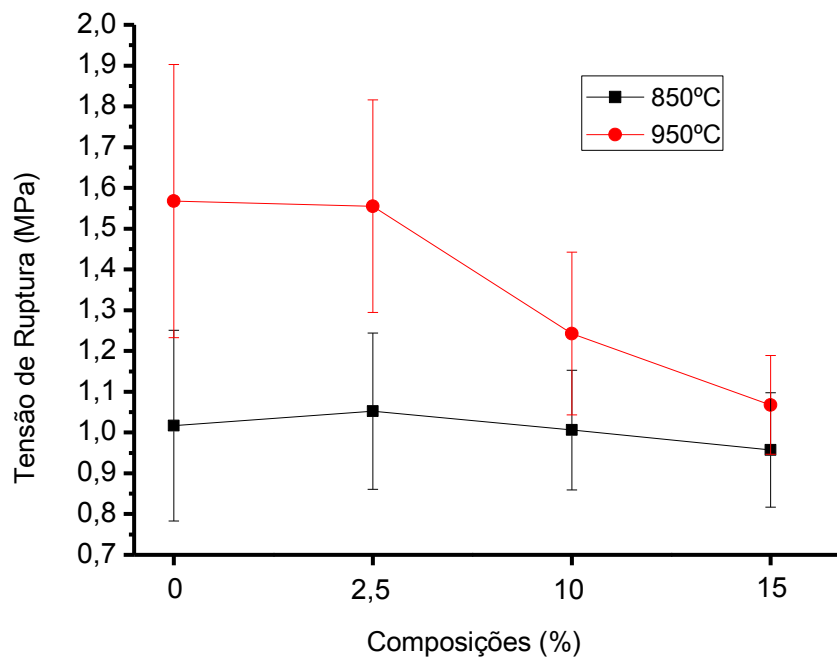


Figura 36. Tensão de Ruptura à Flexão em função do teor do lodo de ETE incorporado e da temperatura de queima.

6.3. Morfologia

6.4. Análise de fases e microestrutural dos corpos Cerâmicos

6.4.1. Análise microestrutural

6.4.1.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Figura 37 apresenta micrografias do resíduo de ETE obtidas por microscopia eletrônica de varredura. O resíduo de ETE é constituído de placas de lamelas com perfil irregular. Observa-se a presença de partículas finas aglomeradas, constituindo placas de lamelas com perfil irregular, possivelmente do argilomineral caulinita, como pode ser comprovada sua presença na difração de raios X (Figura 25). Nota-se que as partículas menores encontram-se aderidas às partículas maiores ou formando aglomerados. Além disso, observa-se larga distribuição de tamanho de partículas do resíduo, comprovando os dados de granulometria do resíduo (Figura 31).

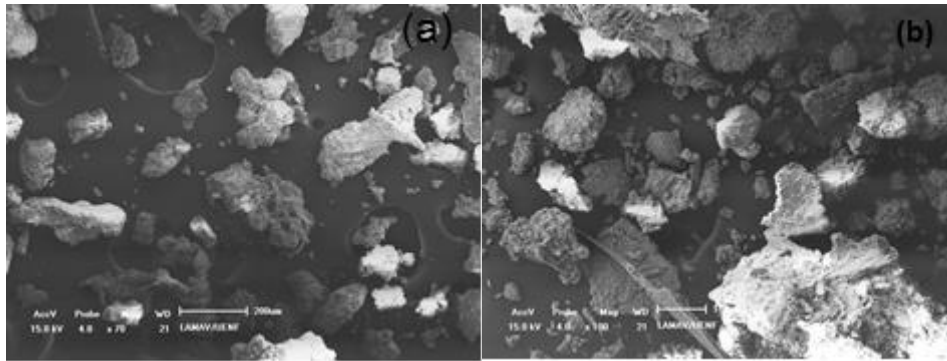


Figura 37. Morfologia das partículas do resíduo de ETE: (a) 70X; (b) 100X.

As Figuras 38 e 39 mostram as micrografias obtidas por MEV da superfície da cerâmica queimada à temperatura de 850 e 950°C respectivamente, com incorporação de 0% (M0) do resíduo lodo de ETE, já as Figuras 40 e 41 mostram a MEV da superfície da cerâmica também queimada a 850 e 950°C respectivamente, com incorporação de 2,5% (M2,5) do lodo de ETE.

É possível observar que as cerâmicas M2,5 (Figuras 40 e 41), apresentam uma textura levemente mais rugosa e com razoável porosidade, em comparação com as cerâmicas M0 (Figuras 38 e 39), possivelmente isto é devido à presença do lodo incorporado na cerâmica, que dificulta o empacotamento das partículas e libera CO_2 durante a etapa de queima (PINHEIRO, 2008), dando um aspecto mais rugoso a superfície da cerâmica. Essas características adquiridas pela cerâmica na queima favorecem a porosidade aberta e conseqüentemente o aumento da absorção de água, que pode ser prejudicial à cerâmica.

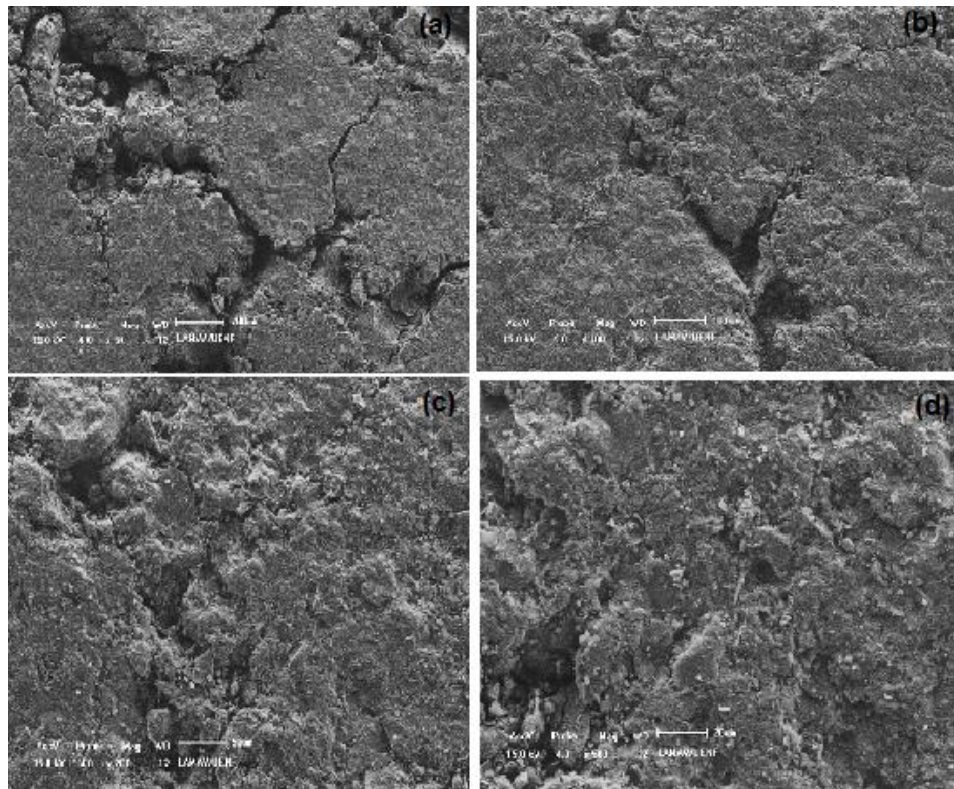


Figura 38. Cerâmica M0 queimada a 850°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x; (d) 500 x.

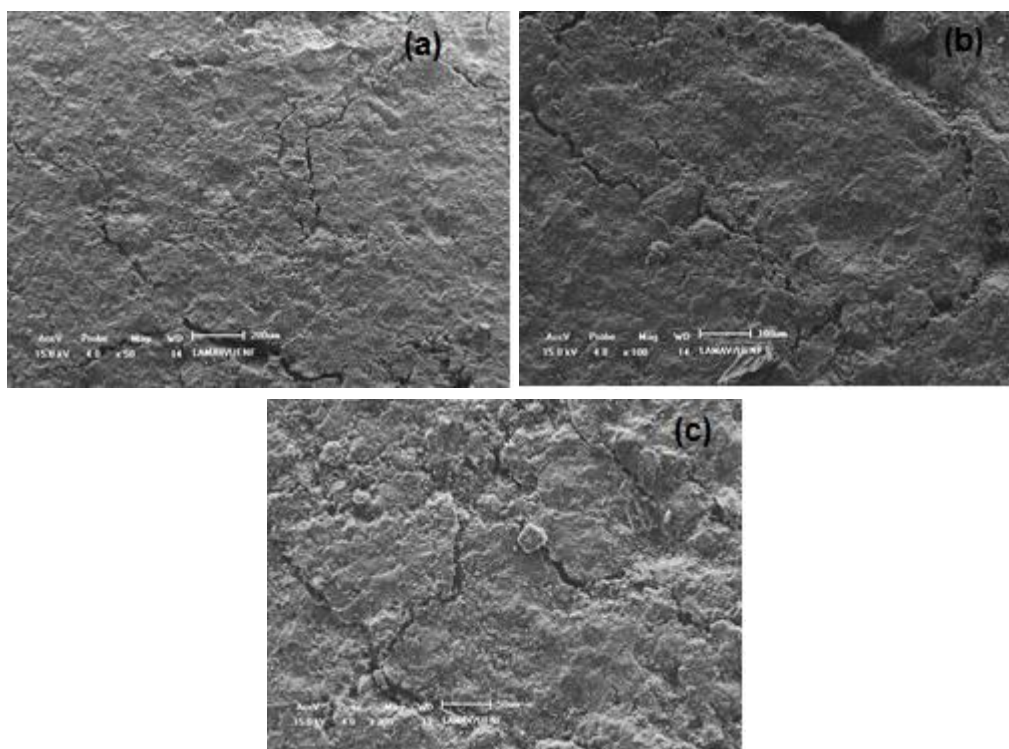


Figura 39. Cerâmica M0 queimada a 950°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x.

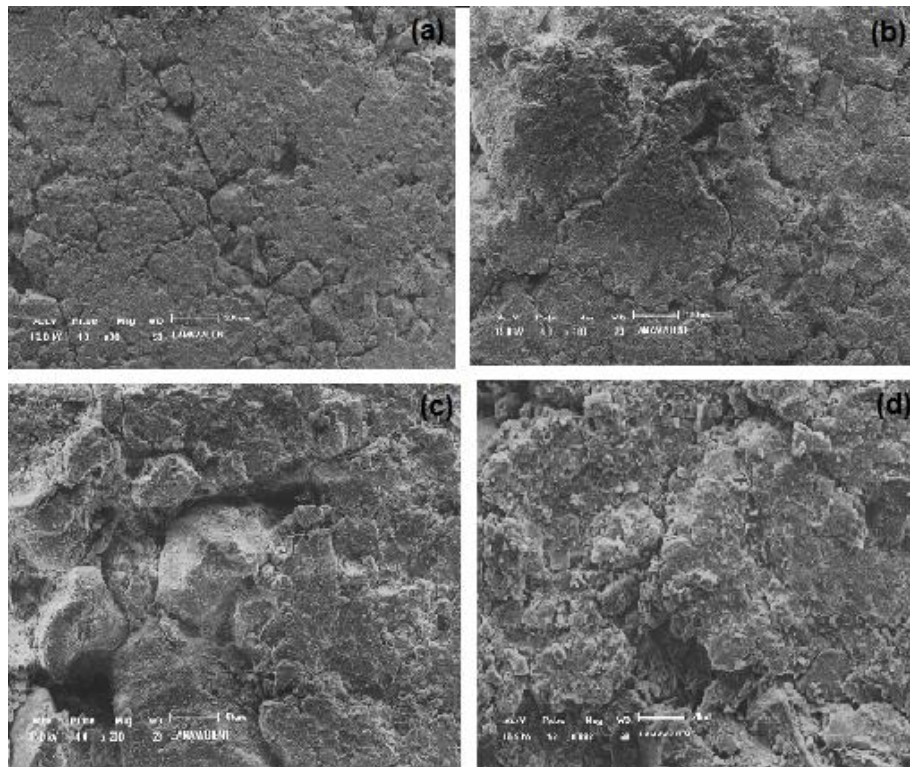


Figura 40. Cerâmica M2,5 queimada a 850°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x (d) 500 x.

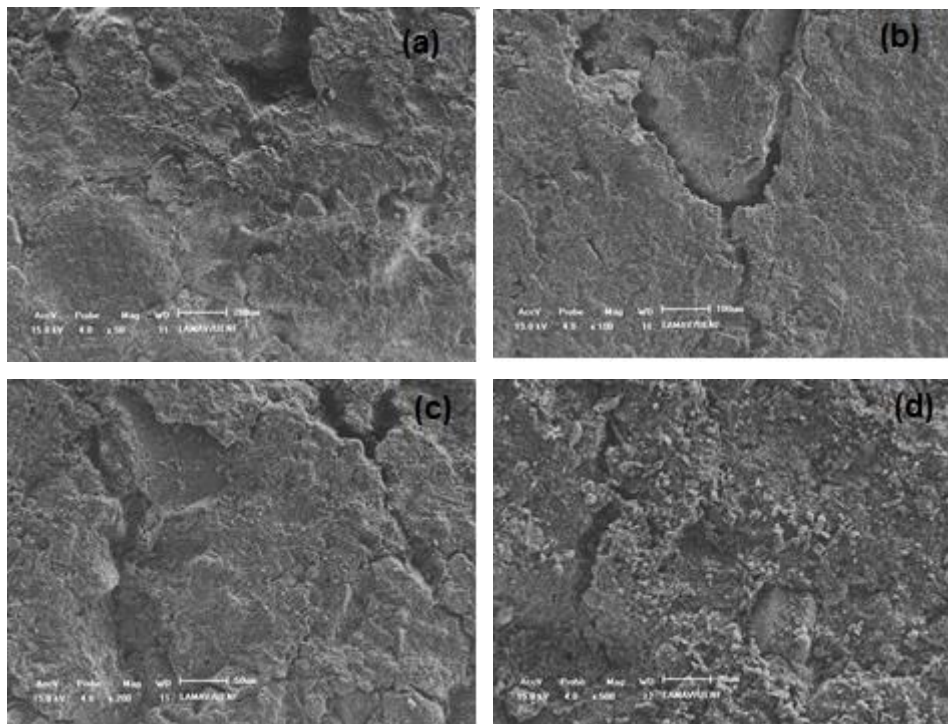


Figura 41. Cerâmica M2,5 queimada a 950°C. (a) 50 x; (b) 100 x; (c) 200 x (d) 500 x.

6.4.1.2. Microscopia Ótica

A análise microestrutural dos corpos Cerâmicos estudados contribui para o maior entendimento do comportamento das suas propriedades em função da adição do resíduo de ETE na massa cerâmica.

As Figuras 42 e 43 apresentam as micrografias obtidas por microscopia confocal em dois aumentos, da superfície de fratura para os corpos cerâmicos preparados com a massa cerâmica referência (M0), ou seja, corpos cerâmicos sem incorporação de resíduo de ETE queimados a 850 e 950°C respectivamente.

Observa-se que a massa referência apresenta grande quantidade de quartzo mostrada pelas setas pretas. Isso pode estar relacionado com o alto teor de partículas de quartzo livre (SiO_2) encontrado na massa cerâmica (Tabela 20). Também há presença da hematita mostrada pelos círculos pretos, estes dados conferem os resultados da análise de DRX, o círculo azul indica trincas na peça.

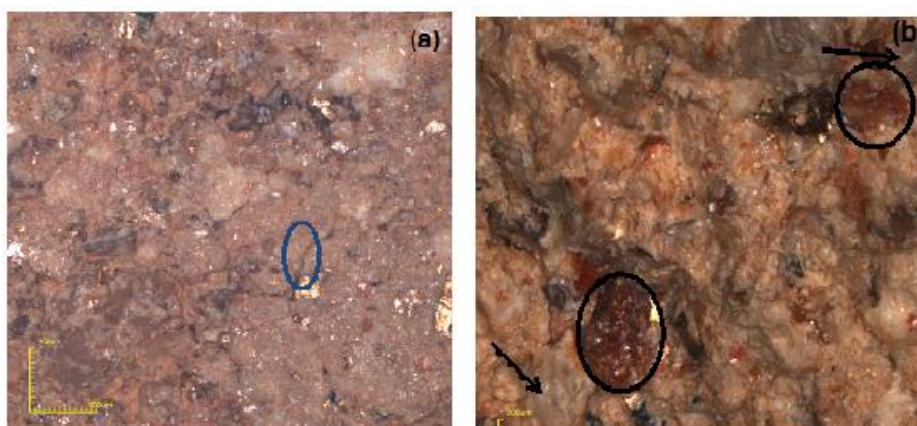


Figura 42. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M0 queimada a 850°C. (a) 108 x; (b) 216 x.

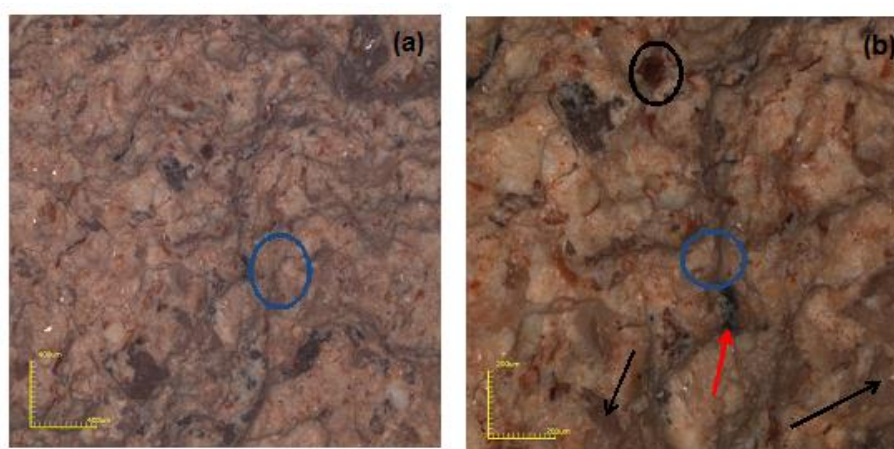


Figura 43. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M0 queimada a 950°C. (a) 108 x; (b) 216 x.

Por meio da microscopia ótica foi possível visualizar de forma bem nítida o efeito da incorporação do resíduo na microestrutura da cerâmica. Foi possível observar partículas de quartzo, além de porosidade mostrada por setas vermelhas e trincas como pode ser visualizada por círculos azuis (Figura 45).

As Figuras 44 e 45 mostram a microestrutura da superfície de fratura obtida por micrografia confocal em dois aumentos, dos corpos cerâmicos com incorporação de 15% (M15) de resíduo de ETE. Nota-se a presença de partículas de quartzo mostradas por setas pretas e hematita que é possível ser visualizada por círculos pretos. Observa-se também a presença dos compostos de ferro, conforme indicado na composição química da massa cerâmica e do resíduo de ETE.

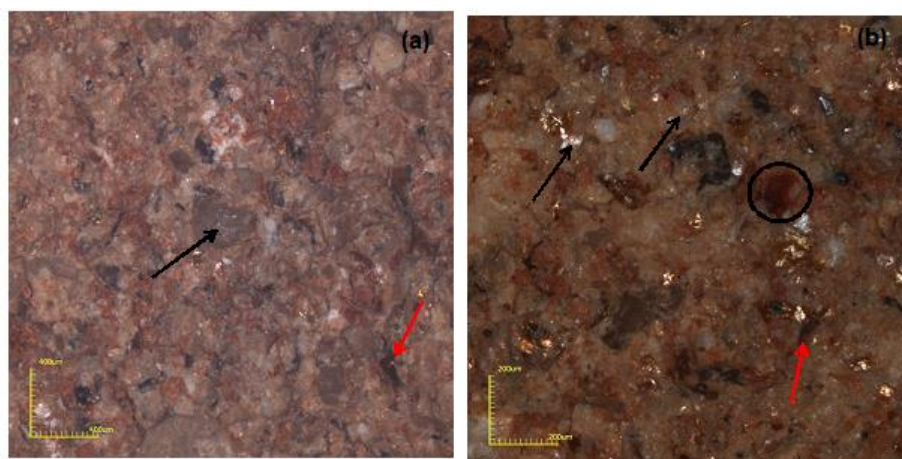


Figura 44. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M15 queimada a 850°C. (a) 108 x; (b) 216 x.

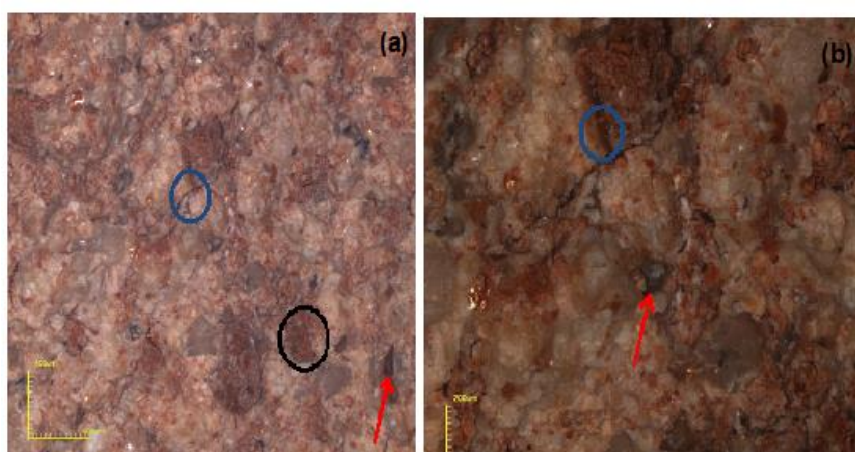


Figura 45. Micrografias obtidas por MO da cerâmica M15 queimada a 950°C. (a) 108 x; (b) 216 x.

6.4.2. Análise de fases

As Figuras 46-49 apresentam os difratogramas de raios X dos corpos cerâmicos com incorporação de 0 e 15% do resíduo de ETE queimados a 850 e 950°C e uma comparação (Figuras 50 e 51) com incorporação de 0; 2,5 e 15% do resíduo nas temperaturas investigadas.

Nota-se que as fases presentes para as amostras com 0% de adição do lodo de ETE (Figuras 46 e 47) nas temperaturas analisadas são: albita, hematita, muscovita, ortoclásio e quartzo.

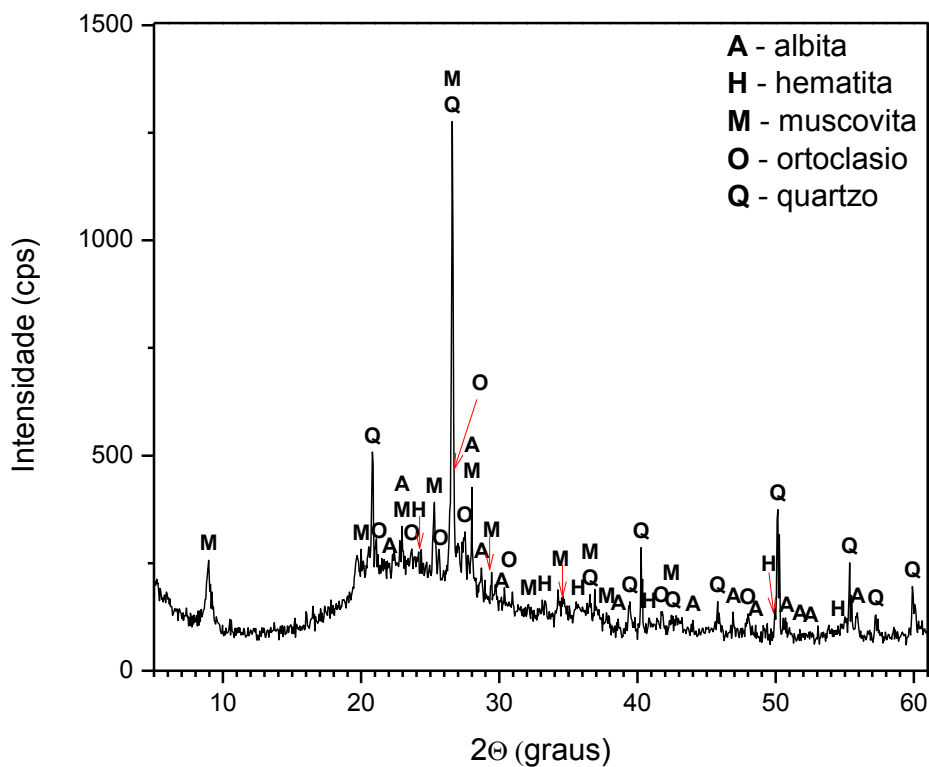


Figura 46. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 0% do lodo de ETE.

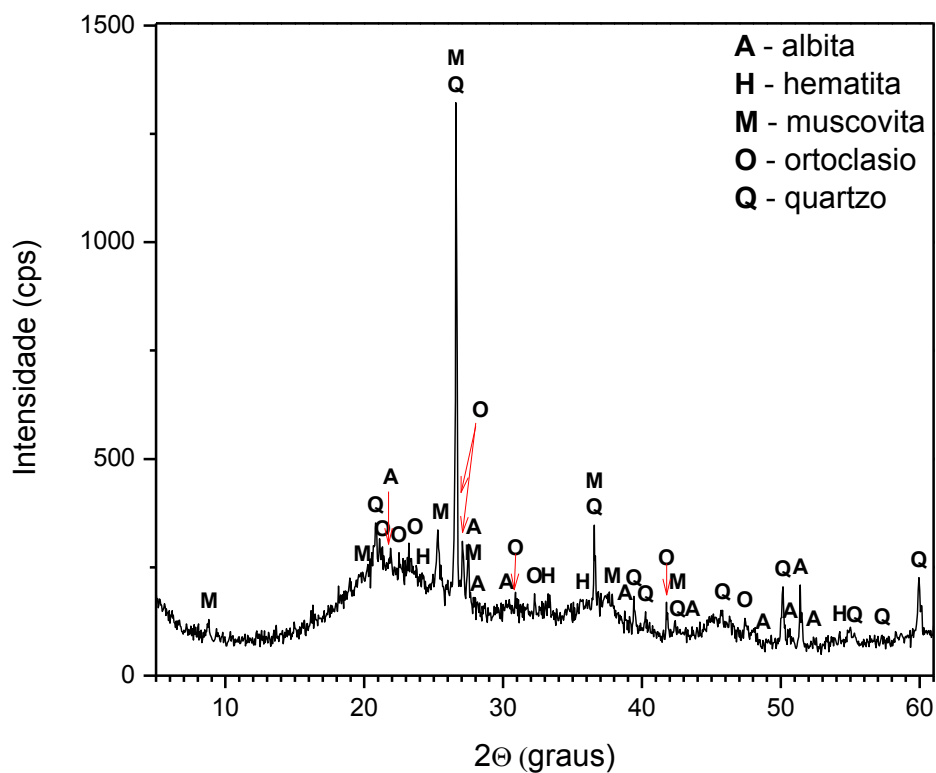


Figura 47. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 0% do lodo de ETE.

As figuras 48 e 49 apresentam os difratogramas de raios X com incorporação de 15% do resíduo, queimados respectivamente nas temperaturas de 850 e 950°C. Observa-se que a adição do resíduo de ETE não modificou as fases cristalinas: albita, hematita, muscovita, ortoclásio e quartzo. Nota-se que não houve formação de novas fases.

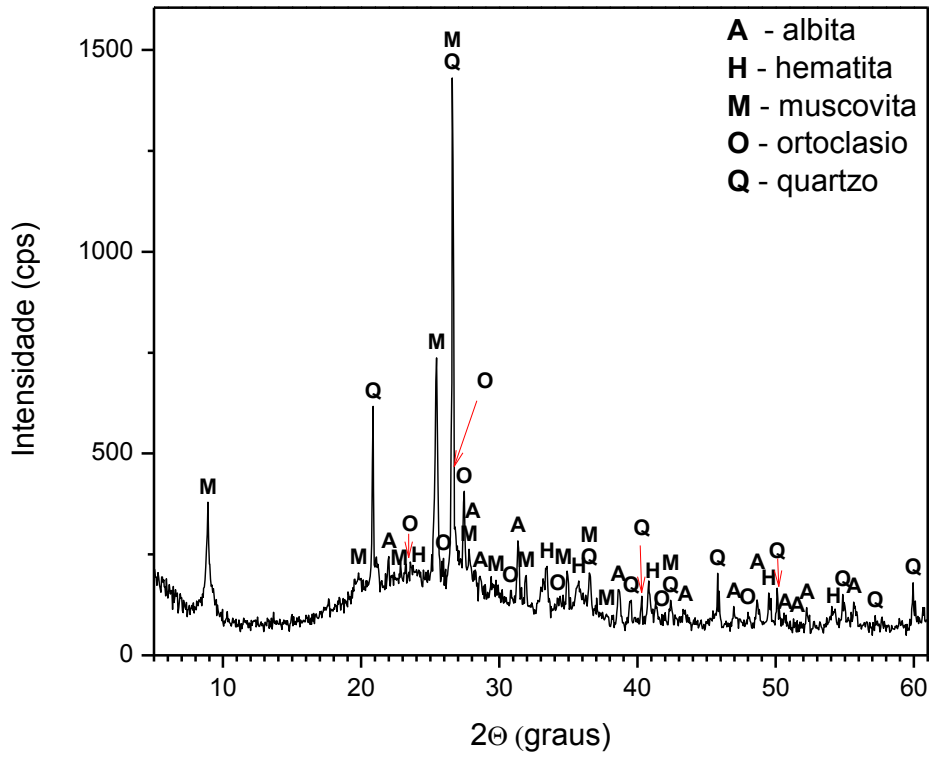


Figura 48. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 15% do lodo de ETE.

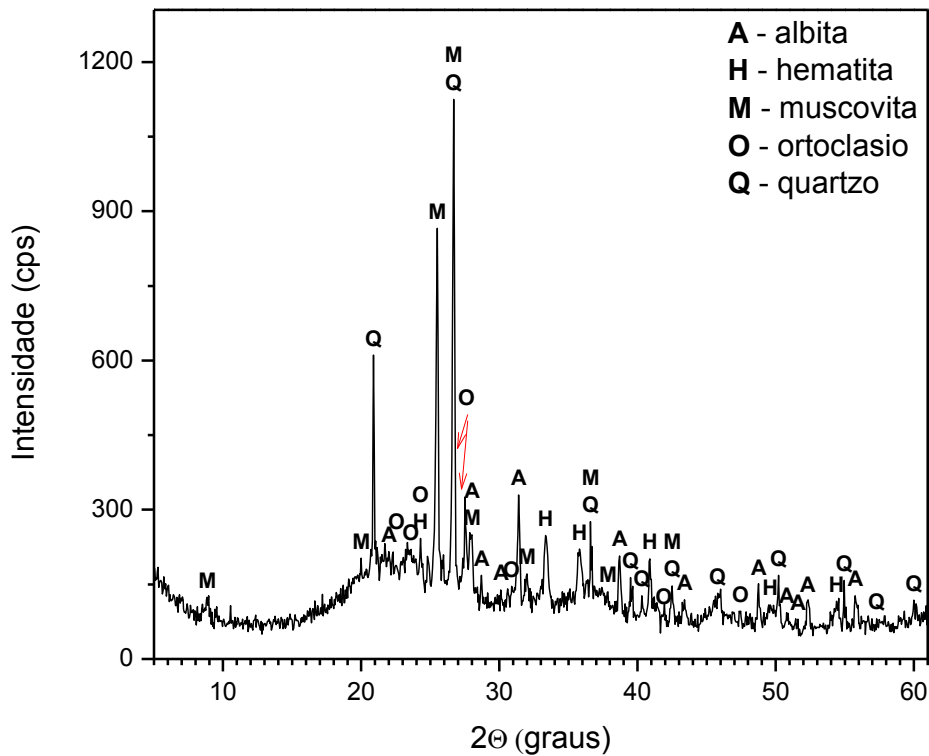


Figura 49. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 15% do lodo de ETE.

As Figuras 50 e 51 mostram a comparação das diferentes incorporações do lodo de ETE: 0; 2,5 e 15% queimados a 850 e 950°C respectivamente. Pode-se perceber que não houve formação de novas fases. É notado por meio destas figuras de comparação das diferentes incorporações do resíduo, que, quando comparado o difratograma de raios X de 15% de incorporação de ETE, com os difratogramas com 0 e 2,5% houve uma diminuição da intensidade do pico da muscovita e quartzo. Isto pode ter ocorrido devido a maior quantidade de incorporação de resíduo de ETE.

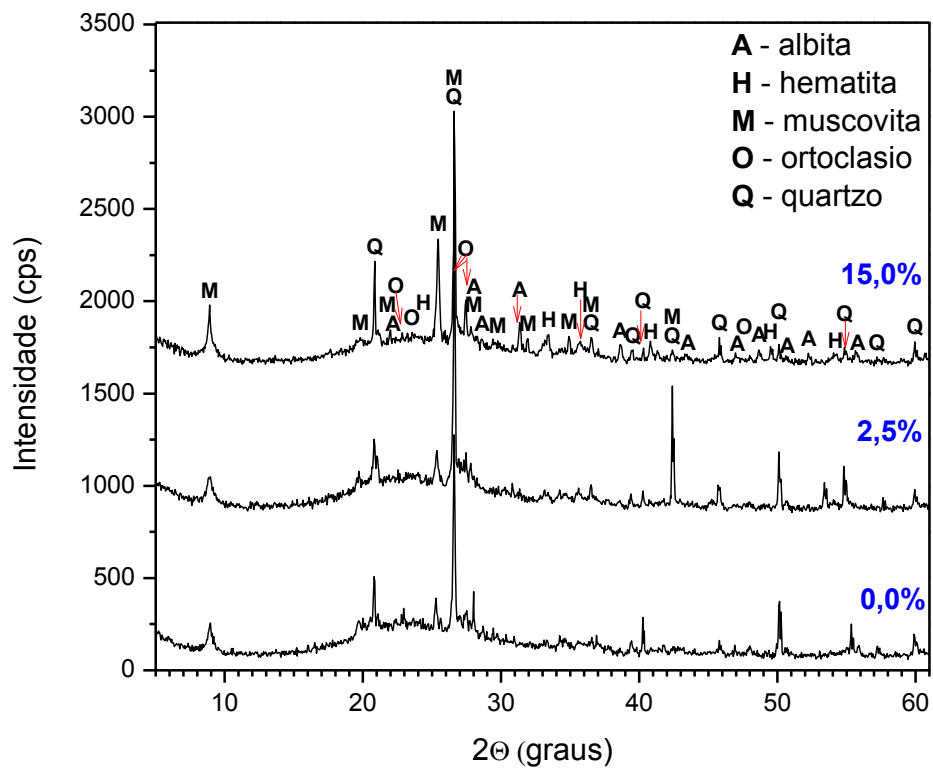


Figura 50. DRX do corpo cerâmico queimado a 850°C com incorporação de 0; 2,5 e 15% do lodo de ETE.

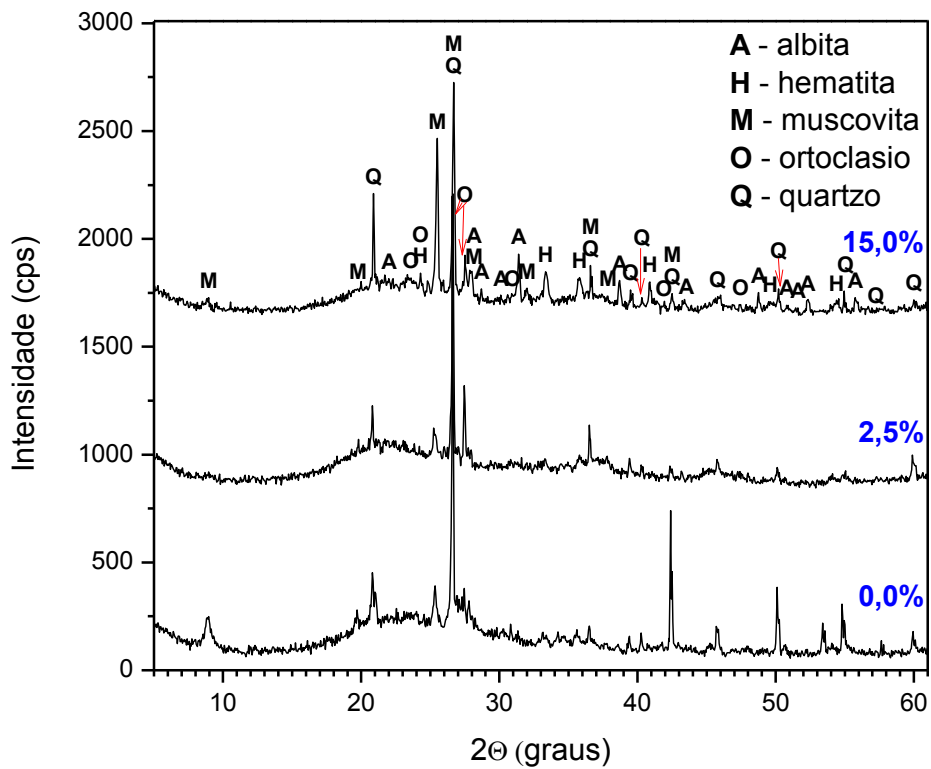


Figura 51. DRX do corpo cerâmico queimado a 950°C com incorporação de 0; 2,5 e 15% do lodo de ETE.

Capítulo 7. Conclusões e sugestões

7.1. Conclusões

Nesta dissertação de mestrado foi estudada a Incorporação de lodo da estação de tratamento de esgoto (ETE) do município de Campos dos Goytacazes, RJ, em cerâmica vermelha. Os resultados experimentais e discussão deles permitiram às seguintes conclusões:

- ✓ O lodo de ETE não vem inertizado da estação de tratamento de maneira eficaz, pois seu ph aferido após coleta na ETE foi em torno de 7,66 e este deveria estar medindo 11,5 por pelo o menos 48h ou 12 por 2h, tendo sido necessário inertizá-lo antes de ser incorporado à massa cerâmica.
- ✓ A análise microbiológica se mostrou eficaz de maneira que não houve presença de microrganismos patogênicos, o teste bioquímico se evidenciou negativo para a bactéria *salmonela sp.*
- ✓ O resíduo de ETE é composto principalmente por carbonato de cálcio ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$), gypsum ($\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), quartzo (SiO_2) e heterosite, syn ($\text{Fe}(\text{PO}_4)$), tendo também a presença dos minerais: caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), muscovita ($\text{K Al}_2 (\text{Si}_3 \text{ Al}) 010 (\text{OH}, \text{F})_2$), e rutilo (TiO_2). A massa cerâmica é rica principalmente em caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e quartzo (SiO_2). Foram também identificados as presenças de albita ($\text{Na} (\text{AlSi}_3\text{O}_8)$), gibbsita ($\text{Al} (\text{OH})_3$), muscovita ($\text{K Al}_2 (\text{Si}_3 \text{ Al}) 010 (\text{OH})_2$), montmorilonita ($(\text{Ca}, \text{Na}) \text{O} \cdot 3 \text{ Al}_2(\text{Si}, \text{Al}) 4 010 (\text{OH})_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$) e ortoclásio ($\text{K} (\text{AlSi}_3\text{O}_8)$).
- ✓ O resíduo de ETE é constituído quimicamente principalmente por Al_2O_3 , SiO_2 , CaO e Fe_2O_3 , com predominância de sílica e óxido de cálcio. Além disso o lodo de ETE possui uma elevada quantidade de matéria orgânica (39,39%) e alta perda ao fogo (43,57%). Do ponto de vista mineralógico, o resíduo de ETE é constituído principalmente por carbonato de cálcio ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$), gypsum ($\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), quartzo (SiO_2) e heterosite, syn ($\text{Fe}(\text{PO}_4)$). Do ponto de vista físico, o resíduo de ETE utilizado apresenta alto teor de partículas finas ($< 2 \mu\text{m}$) (66%).

- ✓ A massa cerâmica também apresenta como compostos majoritários Al_2O_3 , SiO_2 e Fe_2O_3 , também com predominância de sílica, sua perda ao fogo é de 9,47%.
- ✓ Do ponto de vista ambiental, o resíduo de ETE quando inertizado é classificado como um resíduo de Classe II A, ou seja, resíduo não perigoso (Classe II) não inerte (A).
- ✓ O resíduo de ETE quando incorporado à massa cerâmica modifica as características física, química e mineralógica dela. A adição do resíduo de ETE incorpora partículas finas e com isso aumenta a plasticidade na massa cerâmica.
- ✓ A incorporação de resíduo de ETE provocou alterações significativas nas propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos. Foi constatado que o resíduo de ETE tende a diminuir a massa específica e resistência à flexão e aumentar a absorção de água.
- ✓ A análise mineralógica nas amostras incorporadas indicou que a incorporação do resíduo de ETE na massa cerâmica não modificou as fases cristalinas. Além disso, a adição do resíduo tende a modificar as intensidades dos picos de difração.
- ✓ Foi verificado que a incorporação do resíduo de ETE influencia a microestrutura dos corpos cerâmicos. Em geral, os corpos cerâmicos contendo resíduo de ETE são mais porosos.
- ✓ Finalmente, com base nos resultados obtidos nesta pesquisa, tecnicamente é possível a destinação final do lodo de ETE em cerâmica vermelha. Portanto, sugere-se que o resíduo de ETE utilizado seja adicionado à massa cerâmica numa quantidade em torno de 2,5% em peso. O principal efeito deste tipo de resíduo em cerâmica vermelha é a redução do gasto energético durante a etapa de queima.

7.2. Sugestões para trabalhos futuros

- ✓ Realizar ensaios de lixiviação e de solubilização nas cerâmicas queimadas;
- ✓ Realizar teste industrial para confirmar economia de energia que o resíduo pode proporcionar
- ✓ Realizar análise de gases.

Capítulo 8. Referência Bibliográfica

ABAJO, M.F. (2000) Manual Sobre Fabricación de Baldosas, Tejas y Ladrillos. Ed.Beralmar S.A., Espanha.

ALEXANDRE, J. (1997) caracterização das argilas do município de Campos dos Goytacazes para utilização em cerâmicas vermelhas. Tese (mestrado em ciência de engenharia), UENF, Campos dos Goytacazes.

ALEXANDRE, J. (2000) Análise de matérias primas e composições de massa utilizada em cerâmicas vermelhas. Tese (doutorado em ciência de engenharia), UENF, Campos dos Goytacazes – RJ.

AMERICAN ASSOCIATION OF CERAMICS. Disponível em: www.ceramics.org
Acessado em Janeiro de 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM; C373-72 (1977)
Water Absorptin, Bulk Density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, USA.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM; C674-77 (1977)
Flexural Properties of Ceramic Whiteware Materials, USA.

ARAÚJO, F. S. D. (2008) Influência do lodo de ETE na massa para fabricação de massa vermelha. 76f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais)-Centro de Ciências exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte - Natal.

ARAÚJO, P. R. L., *et al.* (2010) Mensuração dos resultados obtidos com ações de responsabilidade sócio ambiental: Um novo componente na gestão de custos. Congresso Internacional de Administração, Anais eletrônicos, Ponta Grossa, PR.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (2014). ABC; Informações Técnicas - Definição e Classificação. Disponível em:
<http://www.abceram.org.br/site/index.php?area=4>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2004). ABNT NBR 10007. Amostragem de resíduos. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1984). ABNT; NBR 7180 Determinação de limites de plasticidade: método de ensaio, Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1984). ABNT; NBR 7181 Análise Granulométrica - Solo, Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT; NBR 6459 (1984) Determinação do limite de liquidez: método de ensaio, Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT; NBR 9648 (1986) Estudo de concepção de sistemas de esgoto sanitário - procedimento. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2004). ABNT NBR 10005. Lixiviação de Resíduos. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT; NBR 13818 (1997) Placas Cerâmicas para Revestimento - especificação e métodos de ensaio. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2004). ABNT NBR 10004 Resíduos sólidos - classificação. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2004). ABNT NBR 10006. Solubilização de Resíduos. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15310:2005/Em.1:2009. Componentes cerâmicos - Telhas - Terminologia, requisitos e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNTNBR 15270-1:2005. Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – Terminologia e requisitos. Rio de Janeiro, 2005.

BARBA, A., *et al.* (1997) materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas. 1. Ed. Castellón-Espanha: Instituto de Tecnologia Cerámica-AICE. p. 291.

BARNES, D., *et al.*, (1981). Water and wastewater engineering systems. Pitman Publishing Inc, Massachussets, p. 513.

BASTOS, R. K. X., *et al.*, (2006). Gerenciamento do lodo em um sistema UASB + BF. Artigo, Viçosa-MG.

BETTIOL, W. *et al.*, (2006) Lodo de esgoto: impactos ambientais na agricultura. Cap. 2 Jaguariúna: Embrapa.

BORGO S. C. Minimização e reciclagem de lodo galvânico e poeira de jateamento. Curitiba, 2005. Dissertação. Universidade Federal do Paraná.

CAP-Concessionária Águas do Paraíba (2013) Disponível em: <http://www.grupoaguasdobrasil.com.br/aguas-paraiba/agua-e-esgoto/ete/>, acessado em: 05 de novembro de 2013.

CARVALHO JÚNIOR, R.M. (2010) Desenvolvimento e análise energética do processo de obtenção do biodiesel de microalga por metanólise in situ. Dissertação (Mestrado) UFPR, Curitiba - PR.

CHANG, A. C. *et al.* (2001) Developing human health-related chemical guidelines for reclaimed water and sewage sludge applications in agriculture. California: World Health Organization. 94p.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA (2006). Resolução nº 375/06. Define os critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto

gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA (1986). Resolução nº 20/86. Estabelece a classificação das águas, doces, salobras e salinas do Território Nacional. Brasília.

COSTA, M. C. R., *et al.* (2008) Diagnóstico ambiental da área industrial contaminada por metais pesados. Revista de biociências. Vol.14, n.1, p. 51-61.

Díaz, C. C. H.; *et al* (2013) Caracterização de lama vermelha e lodo de esgoto como matérias-primas cerâmicas. 57º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 5º Congresso Iberoamericano de Cerâmica. Natal, RN, Brasil.

DONDI, M.; MARSIGLI, M.; FABBRI, B. (1997) Recycling of industrial and urban wastes in brick production – A review. *Tile & Brick Int*, v. 13, n. 3, p. 218-225.

Embrapa. (1999) Sistema brasileiro de classificação de solos - Brasília. Embrapa Produção de Informação, Rio de Janeiro, Embrapa Solos, 412p.

FONTES, C. M. A. (2003) Potencialidades da cinza de lodo de estações de tratamento de esgotos como material suplementar para a produção de concretos com cimento portland - Tese de mestrado, COPPE/UFRJ - Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia, p. 36.

FRÉSCA, F. R. C. (2007) Estudo da geração de resíduos sólidos domiciliares no município de São Carlos, SP, a partir da caracterização física. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos - SP.

GEYER, A. L. B. (2001) Contribuição ao estudo da disposição final e aproveitamento da cinza se lodo de estações de tratamento de esgotos sanitários como adição ao concreto. 216f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

HOLANDA, J. N. F., Vieira, C. M. F. (2002) Mundo Cerâmico 82. 29p.

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Disponível em: www.ibge.gov.br Acessado em: Dezembro de 2013.

JIN, B.; WILEN, B.; LANT, P. (2003) A comprehensive Insight into floc characteristics and their impact on compressibility and settleability of activated sludge. Chem. Eng. J., v. 95, p. 221-234.

JORDÃO, M.A. (1988). Curso internacional de treinamento em grupo em tecnologia cerâmica. IPT/ JICA.

JORDÃO, E. P.; PESSÔA, C. A. (2005) Tratamento de esgotos domésticos. 4. ed. Rio de janeiro: [s.n.]. p. 932.

MARGEM, J. I. (2008). Caracterização e Incorporação de Lodo de Decantação de Estação de Tratamento de Água (E.T.A) em Cerâmica Vermelha. Dissertação de Mestrado. Engenharia e ciência dos materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos - RJ.

METCALF & EDDY, (1991) Wastewater engineering: treatment, disposal and reuse. Metcalf& Eddy, Inc. 3. ed, 1334 p.

MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. (2005). Effect of oily waste addition to clay ceramic. Ceramics International, nº 30, p. 353–358.

MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. (2004). Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from Campos dos Goytacazes, Brasil. Applied Clay Science, v. 24, p. 229 - 234.

NANDI, V. S.; *et al* (2012) Caracterização de Resíduo Sólido de ETE da Indústria Cerâmica de Revestimento. Revista Cerâmica Industrial. Vol 17, nº 2.

OLIVEIRA, E. M. S.; *et al* (2004) Caracterização de resíduo (lodo) proveniente de estação de tratamento de águas visando sua utilização em cerâmica vermelha. *Cerâmica*. 324-330p.

OLIVEIRA, E. M. S.; *et al* (2008) Influência da adição de resíduo (lodo) de estação de tratamento de águas nas propriedades e microestrutura de cerâmica vermelha. *Cerâmica*.167-173p.

OLIVEIRA, A. P. N., *et al* (2000) Matérias primas empregadas na fabricação de tijolos e blocos de construção: características e influência sobre as propriedades do produto final. *Cerâmica Informação*. 10: 57-65.

PALMONARI, C.; TIMELLINI, G. (2002). A indústria de revestimento italiana e o Meio Ambiente, *Cerâmica Industrial*, 7: 7-11.

PARK, Y. J., *et al.*, (2003) Crystalline phase control of glass ceramics obtained from sewage sludge fly ash, *Ceramics International* 29, 223–227.

PINHEIRO, R. M. (2008) Reciclagem de lodo primário da estação de tratamento de efluentes da indústria de papel em cerâmica argilosa, dissertação de mestrado, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes - RJ.

PIRES, G. T., *et al.*, (2011) Adição de esgoto da ETE do município de Jaguariúna em tijolos cerâmicos: Estudo de viabilidade. Faculdade de Jaguariúna. *Revista Intellectus* ano VIII, Nº 22, ISSN 1679-8902.

PROGIR, (1984) Estudos e levantamentos pedológicos. Projeto de irrigação e drenagem de cana-de-açúcar na Região Norte Fluminense - RJ. *Relatórios Técnicos Setoriais*. Vol I Tomo I e IIIPROSAB - Programa de Pesquisa em Saneamento Básico (1999), *Uso e Manejo do Lodo de Esgoto na Agricultura*, Rio de Janeiro - RJ, 97 pp.

QUIRINO, W. F. et al. (2005) Poder calorífico da madeira e de materiais lignocelulósicos. Revista da Madeira, n.89. abr. 2005, p. 100-106.

RAMOS, I.S.; ALVES, M. G.; ALEXANDRE, J. (2006). Diagnóstico do Pólo Cerâmico de Campos dos Goytacazes – RJ. Cerâmica Industrial, São Carlos, v. 11, n. 1, jan./fev.

SANTOS, P.S. Ciência e Tecnologia das Argilas. 2ª edição revista e ampliada - Editora Edgard Blucher Ltda – São Paulo, v. 1, p.408, 1989.

SANTOS, R. S.; SOUZA, G. P.; HOLANDA, J. N. F. (2002) Characterization of waste of petroleum industry containing clayey masses and its application in structural ceramics. Cerâmica vol.48 nº 307 São Paulo July/Sept. 2002.

SEBRAE - Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas. O que são resíduos? Disponível em <http://www.sebrae.com.br/setor/agroenergia/o-setor/residuos-e-dejetos/o-que-e/>. Acessado em janeiro de 2014.

SILVA, J.F.P. (2006) Reciclagem de resíduos sólidos. Disponível em <http://br.monografias.com/trabalhos2/reciclagemresiduos/reciclagemresiduos2.sh>. Acessado em dezembro de 2013.

SILVA, F. A. N. (2000). Caracterização microestrutural e avaliação ambiental de cerâmicas argilosas com incorporação do resíduo borra de petróleo encapsulada. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, RJ, 151 p.

SOUZA, G. P., HOLANDA, J.N.F., (2005) Densification behaviour of petroleum waste bearing clay-based ceramic bodies, Ceramics International, V. 30, N. 1, p. 99-104.

SOUZA SANTOS, P., (1989). Ciência e Tecnologia das argilas. 2ª ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda, vol. 1, p. 499.

SOUZA, V. P. (2007). Análise dos gases emitidos na produção de cerâmicas com adição de resíduos industriais. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual do Norte Fluminense. 74 p. Campos dos Goytacazes.

SOUZA, M. M. (2010) Caracterização e viabilidade econômica do uso energético de resíduos da colheita florestal e do processamento de *Pinus taeda* L. Dissertação (Mestrado em Engenharia Florestal da Universidade federal do Paraná), Curitiba - PR, 77p.

SPERLING, M. V. (1995) Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias - Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos, V. 1, Minas Gerais: ABES.

TEIXEIRA, S. R.; et al (2002) Caracterização de resíduos de estações de tratamento de água (ETA) e de esgoto (ETE) e o estudo da viabilidade de seu uso pela indústria cerâmica. XXVIII Congresso Interamericano de Engenharia Sanitária e Ambiental. Cancun - México.

TEIXEIRA, S. R.; et al (1999), Caracterização Mineralógica de Argilas usadas na Indústria Cerâmica de Teodoro Sampaio-SP. Anais do "VIII Simpósio Brasileiro de Geografia Física Aplicada", Belo Horizonte – Mg, 419-421.

VELHO, P. L. T.; et al (2011), Reaproveitamento de Lodo de ETE para Produção Industrial de Engobes. Revista Cerâmica Industrial. Vol 16, nº 2.

VERDUCH, A. G. (1995) características de las arcillas empleadas en la fabricación de ladrillos. Técnica Cerâmica. 232: 214-228.

VIEIRA, C. M. F.; et al(2003), Avaliação da Secagem de Cerâmica Vermelha Através da Curva de Bigot. Revista Cerâmica Industrial. Vol 8, nº 1.

VIEIRA, C. M. F.; EMILIANO. J. V. (2005). Incorporação de rocha sedimentar em pó em massas para telhas cerâmicas: efeitos nas propriedades físicas e mecânicas. In:

Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro – SP, 2005. Anais: 49° Congresso Brasileiro de Cerâmica, p.15.

VIEIRA, C. M. F.; HOLANDA, J. N. F.; PINATTI, D. G. (2000). Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes - RJ. Cerâmica, v. 46 n° 297.

VIEIRA, C. M. F. et al. (2001) Formulação de massa de revestimento cerâmico com argilas plásticas de Campos dos Goytacazes (RJ) e Taguá (SP). Universidade Estadual do Norte Fluminense. Laboratório de Materiais Avançados. Revista Cerâmica Industrial, n6. Rio de Janeiro.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2009). Incorporation of solid wastes in red ceramics - an updated review. Revista Matéria, v. 14, n. 3, p. 881 - 905. Disponível em:http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1517-62009000300002&script=sci_arttext.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. (2005), Microstructure evolution in Kaolinitic clay as a function of firing temperature. Interceram. v. 54, p.268-271.