

DESENVOLVIMENTO DE MASSA CERÂMICA COM O USO DE
RESÍDUO DE GRANITO PARA OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS
PRENSADOS DE ENCAIXE DE MATRIZ ARGILOSA

LEONARDO GONÇALVES PEDROTI

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE - UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ
AGOSTO – 2011

DESENVOLVIMENTO DE MASSA CERÂMICA COM O USO DE
RESÍDUO DE GRANITO PARA OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS
PRENSADOS DE ENCAIXE DE MATRIZ ARGILOSA

LEONARDO GONÇALVES PEDROTI

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

Orientador: Prof. Sérgio Neves Monteiro
Co-orientador: Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE - UENF
CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ
AGOSTO- 2011

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do CCT / UENF

40/2011

Pedroti, Leonardo Gonçalves

Desenvolvimento de massa cerâmica com o uso de resíduo de granito para obtenção de blocos cerâmicos prensados de encaixe de matriz argilosa / Leonardo Gonçalves Pedroti. – Campos dos Goytacazes, 2011.

xiii, 174 f.: il.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2011.

Orientador: Sérgio Neves Monteiro.

Co-orientador: Carlos Maurício Fontes Vieira.

Área de concentração: Materiais e Meio Ambiente.

Bibliografia: f. 105-117.

1. Resíduo de granito 2. Blocos prensados 3. Blocos cerâmicos 4. Meio ambiente 5. Sustentabilidade I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título.

CDD 620.14

DESENVOLVIMENTO DE MASSA CERÂMICA COM O USO DE
RESÍDUO DE GRANITO PARA OBTENÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS
PRENSADOS DE ENCAIXE DE MATRIZ ARGILOSA

LEONARDO GONÇALVES PEDROTI

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

Aprovada em 23 de agosto de 2011

Comissão Examinadora:

Prof. Marcos Oliveira De Paula (D.Sc.) – UFES

Prof. Jonas Alexandre (D.Sc.) – UENF

Prof. Carlos Maurício Fontes Vieira (D.Sc.) – UENF
Co-orientador

Prof. Sérgio Neves Monteiro (PhD) – UENF
Orientador

**Dedico este trabalho a Deus e
toda a minha família**

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me permitir alcançar mais uma estapa na minha vida.

Agradeço minha família em especial aos meus pais e minha esposa que estiveram ao meu lado nessa trajetória, dando apoio e carinho.

Agradeço aos professores Phd Sérgio Neves Monteiro e D. Sc. Carlos Maurício Fontes Vieira, pela orientação e dedicação em todo o período do doutoramento.

Ao Professor Jonas Alexandre, pela orientação e amizade, sempre disposto a ajudar. Ao Professor Gustavo de Castro Xavier, pelo esforço e colaboração quando solicitado, além da amizade.

Aos técnicos do LECIV, em especial ao Milton Pereira Soares do Laboratório de Mecânica dos Solos da Universidade Estadual Norte Fluminense, pelo apoio durante a realização dos ensaios.

Agradeço a Empresa Forma Engenharia, pelo fornecimento de suas dependências e máquinas para confecção das peças usadas neste trabalho

Agradeço a Decolores Mármore e Granitos, pelo fornecimento do resíduo utilizado neste trabalho.

Agradeço a Cerâmica Stilbe, pelo fornecimento da matéria prima utilizada neste trabalho.

Agradeço aos amigos os Engenheiros André Destefani, Alexandre Viana Bahiense, Vinícius Carlesso, Jair, Fábio Araújo, Anderson, Sérgio, José Fernando, e aos futuros engenheiros Olimpio e Marcus, pelo companheirismo e dedicação nesses anos.

Agradeço a FAPERJ e a UENF pelo apoio financeiro para desempenho deste trabalho.

Finalmente, agradeço a todos aqueles que de alguma forma contribuíram para a efetiva realização deste trabalho.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	II
SUMÁRIO	III
LISTA DE FIGURAS	V
LISTA DE TABELAS	IX
RESUMO	X
ABSTRACT	XII
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO	1
1.1 – ASPECTOS GERAIS.....	1
1.2 – OBJETIVO GERAL.....	3
1.3 – OBJETIVO ESPECÍFICO	4
CAPÍTULO 2 – JUSTIFICATIVA	5
CAPÍTULO 3 – REVISÃO DA LITERATURA	6
3.1 – MATERIAIS CERÂMICOS.....	6
3.1.1 – Argilas	6
3.1.2 – Materiais Cerâmicos Vermelhos.....	8
3.1.3 – A Indústria Cerâmica.....	10
3.1.4 – Processo de Fabricação.....	11
3.1.5 – Produção de Cerâmica Vermelha em Campos dos Goytacazes -RJ.....	12
3.1.6 – Massas Cerâmicas.....	16
3.1.7 – Caracterização das Massas Cerâmicas de Campos dos Goytacazes-RJ	18
3.1.8 – Queima.....	19
3.1.9 – Fratura Frágil de Cerâmicas.....	20
3.1.10 – Influência da Porosidade nas Propriedades Mecânicas.....	20
3.2 – ROCHAS ORNAMENTAIS	21
3.2.1 – O Setor de Rochas Ornamentais	21
3.2.2 – O Resíduo de Rochas Ornamentais.....	23
3.2.3 – Processo de formação dos resíduos.....	27
3.3 – UTILIZAÇÃO DO RESÍDUO DE ROCHAS ORNAMENTAIS EM CERÂMICA ARGILOSA	28
3.4 – PROCESSAMENTO DE CERÂMICA ARGILOSA PRENSADA	35
3.4.1 – Compactação	38
3.4.2 – Pressão uniaxial.....	43
3.5 – BLOCOS PRENSADOS	44
3.5.1 – Solo-cimento	44
3.5.2 – Blocos Prensados e Queimados	48
3.6 – AVALIAÇÃO DOS CUSTOS.....	51
3.6.1 – Investimentos	52
3.7 – USO DO PLANEJAMENTO SIMPLEX EM MISTURAS.....	52
CAPÍTULO 4 – MATERIAIS E MÉTODOS	54
4.1 – Matérias-primas: Argila e resíduo de granito	54
4.2 – Metodologia para preparação das amostras.....	55
4.3 – Caracterização das matérias-primas	56
4.3.1 - Caracterização ambiental	56
4.3.2 – Caracterização química.....	56
4.3.3 – Caracterização mineralógica	57
4.3.3.1 – Difração de raios x.....	57

4.3.3.1 – <i>Análise térmica (ATD/ATG)</i>	57
4.3.4 – <i>Caracterização Morfológica</i>	58
4.4 – <i>Caracterização física</i>	58
4.4.1 – <i>Distribuição de tamanho de partículas</i>	58
4.5 – <i>Avaliação das misturas das argilas de Campos dos Goytacazes-RJ com o resíduo de granito de Cachoeiro de Itapemirim-ES</i>	59
4.5.1 – <i>Avaliação da umidade de prensagem</i>	59
4.5.2 – <i>Avaliação da energia de compactação</i>	61
4.5.3 – <i>Propriedades Tecnológicas</i>	62
4.5.4 – <i>Avaliação experimental</i>	63
4.5.4.1 – <i>Modelagem numérica</i>	63
4.5.3.2 – <i>Experimento com misturas</i>	64
4.5.3.3 – <i>Planejamento em Rede Simplex</i>	65
4.5.3.4 – <i>Representação da forma polinomial canônica</i>	67
4.5.3.7 – <i>Modelos matemáticos</i>	69
4.5.3.8 – <i>Programa Statística</i>	69
4.5.4 – <i>Processamento das composições</i>	70
4.5.4.1 - <i>Preparo das massas</i>	70
4.5.4.1 – <i>Conformação dos corpos de prova para avaliação</i>	70
4.5.4.2 – <i>Secagem</i>	71
4.5.4.3 – <i>Queima</i>	71
4.6 – <i>Avaliação econômica e layout</i>	72
CAPÍTULO 5 – RESULTADOS E DISCUSSÕES	73
5.1 - <i>Caracterização das matérias primas</i>	73
5.2 - <i>Composição química</i>	74
5.3 - <i>Comportamento de Queima</i>	75
5.4 - <i>Distribuição de tamanho de partículas</i>	76
5.5 – <i>Caracterização ambiental</i>	77
5.6 - <i>Propriedades tecnológicas</i>	79
5.6.1 - <i>Densidade</i>	83
5.7 – <i>Microestrutura das Composições</i>	84
5.8 – <i>Modelos experimentais</i>	90
5.8.1 - <i>Microestruturas das Misturas MF1 e MF2</i>	92
5.8.2– <i>Resistência Mecânica</i>	94
<i>Na Figura 69 são apresentados os resultados da compressão mecânica dos blocos, queimados a 850°C e a 1050°C</i>	94
5.8.3– <i>Absorção</i>	95
5.8.4– <i>Densidade a seco e após-queima</i>	96
5.8.5 – <i>Processo de fabricação e Análise de custos</i>	100
5.8.6 - <i>Considerações Finais</i>	102
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES	103
CAPÍTULO 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	105
ANEXO A1	118
ANEXO A2	169
<i>Parâmetros dos polinômios</i>	169
<i>Representação matricial</i>	170
<i>Análises estatísticas: avaliação dos modelos</i>	170
<i>Análises de variância</i>	170
<i>Significância estatística da regressão</i>	172
<i>Falta de ajuste e erro puro</i>	173
<i>Porcentagem de variação explicada pela regressão</i>	174

LISTA DE FIGURAS

Figura 1:Exemplo de fluxograma de produção de blocos cerâmicos (ABC, 2003) adaptado.	12
Figura 2: Pátio de secagem de blocos	13
Figura 3:Área degradada pela lavra de massas argilosa no município de Campos dos Goytacazes-RJ (XAVIER, 2006).....	14
Figura 4:Perdas durante a extrusão das lajotas (PEDROTI, 2007).....	14
Figura 5:Acúmulo de chamote no pátio da indústria (PEDROTI, 2007)	15
Figura 6:Mapa do Espírito Santo e os municípios com atividades em rochas ornamentais. Adaptado (SPÍNOLA, 2003)	22
Figura 7:Variação da massa de lama gerada no processamento de um bloco de 33 toneladas em função da umidade (FERREIRA et al., 2007)	24
Figura 8:Depósito da lama proveniente da serragem dos blocos de granito (XAVIER, 2006)	26
Figura 9:Fluxograma industrial de beneficiamento do granito (FERREIRA et al., 2007)	27
Figura 10:Diagrama de gresificação da argila caulínica A e da massa (SOUZA, et al., 2004)	33
Figura 11:Prensagem Uniaxial (ALBERO, 2000)	36
Figura 12:Variação da prensagem aplicada nas regiões do molde (ALBERO, 2000)	36
Figura 13:Prensagem isostática	37
Figura 14:Mudança da forma dos grânulos e do tamanho dos poros durante a compactação (REED, 1998).....	38
Figura 15:Diagrama de compactação de dois pós com umidade relativa diferente: 92% e 33%, evidenciando os estágios da densificação (REDD, 1998).....	39
Figura 16:Misturas de pós com tamanhos diferentes (VAN VLACK, 1973)	41

Figura 17:Influência da umidade sobre a massa específica aparente seco nas diferentes pressões (TONTINI et al., 1993).....	42
Figura 18:Velocidade de perda de água na secagem da argila úmida (NORTON., 1973)	42
Figura 19:Fases na secagem da argila úmida em uma seção transversal à superfície. As letras correspondem a seqüência da Figura 18 (NORTON., 1973)	43
Figura 20: Gradientes de densidade através de seção longitudinal de um compacto cilíndrico após prensagem à 69 MPa onde as cores representam a densidade da peça em relação à densidade teórica: mínima, azul a 50% e máxima, vermelho a 56% da densidade teórica da massa. Diagrama obtido por análise de ultrasom (SANDIA NATIONAL LABORATORIES).....	43
Figura 21:Massa específica verde em função da pressão de compactação (FREIRE et al., 2004)	44
Figura 22:Passagem de tubulações hidráulicas e elétricas (PEDROTI, 2007).....	46
Figura 23:Fluxograma de produção do bloco em solo-cimento (PEDROTI, 2007)....	47
Figura 24:Processo de produção do bloco prensado e queimado (PEDROTI, 2007)	49
Figura 25:Absorção média dos blocos (CER-Cerâmico; BPQ MEC – bloco prensado mecanicamente e queimado; BPQ MANUAL – bloco prensado manualmente e queimado; S.C. – solo cimento) (PEDROTI, 2007)	49
Figura 26:Resistência média à compressão dos blocos (CER-Cerâmico; BPQ MEC – bloco prensado mecanicamente e queimado; BPQ MANUAL – bloco prensado manualmente e queimado; S.C. – solo cimento) (PEDROTI, 2007).....	50
Figura 27:Fluxograma das etapas envolvidas	54
Figura 28:Organograma das etapas de caracterização	55
Figura 29-Difratômetro de raios-x.....	57
Figura 30-Microscópio Eletrônico de Varredura com EDS acoplado.....	58
Figura 31:Figura do molde para peças preliminares	60
Figura 32:Cilindros moldados.....	61
Figura 33: massa sendo preparada e blocos moldados na prensa automática	62
Figura 34:Estratégia experimental (Montgomery, 1997)	64
Figura 35:Representação gráfica da equação (4.6) para 2 e 3 componentes (Montgomery, 1997)	65
Figura 36:Planejamento Rede Simplex para $q = 3$ componentes e $m = 2$	67

Figura 37:Nomenclatura de respostas para pontos da Rede Simplex {3,2} e {3,3} (Cornell, 1990).....	69
Figura 38:Modelo linear e modelo quadrático.	69
Figura 39:Modelo cúbico especial.....	69
Figura 40:Blocos cerâmicos prensados e queimados.....	71
Figura 41:Difratogramas de raios-X das matérias-primas. C = caulinita; Q = quartzo; M = mica muscovita; H = hematita; Mm = mineral micáceo; Mi = microclina; FPI = feldspato plagioclásio, An = Anortita, Ab = Albita.	73
Figura 42:Análise térmica da argila fraca e forte.....	75
Figura 43:Análise térmica do resíduo.....	76
Figura 44:Tamanho das partículas.....	76
Figura 45:Tamanho das partículas classificadas.....	77
Figura 46:Densidade das misturas iniciais.....	79
Figura 47:Absorção d'água da mistura M1 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	80
Figura 48:Absorção d'água da mistura M2 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	80
Figura 49:Absorção d'água da mistura M3 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	81
Figura 50:Resistência a compressão da mistura M1 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	81
Figura 51:Resistência a compressão da mistura M2 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	82
Figura 52:Resistência a compressão da mistura M3 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem.....	82
Figura 53:Densidade média dos corpos de prova a 15 toneladas e 100 toneladas..	83
Figura 54:Resíduo queimado a 850°C.....	85
Figura 55:Resíduo queimado a 1050°C.....	85
Figura 56:Argila Forte queimada a 850°C.....	86
Figura 57:Argila Forte queimada a 1050°C.....	86
Figura 58:Argila Fraca queimada a 850°C.....	86
Figura 59:Argila Fraca queimada a 1050°C.....	87
Figura 60:Absorção d'água: melhores superfícies de resposta.....	88
Figura 61:Compressão: melhores superfícies de resposta.....	88

Figura 62:Absorção d'água: melhores superfícies de resposta.....	89
Figura 63:Compressão: melhores superfícies de resposta	90
Figura 64:Ensaio do bloco cerâmico	91
Figura 65:Traços experimentais	91
Figura 66:Micrografias obtidas por MEV da superfície de fratura MF1 queimada a 850°C	92
Figura 67:Micrografias obtidas por MEV da superfície de fratura MF2 queimada a 850°C	93
Figura 68:EDX da amostra	94
Figura 69:Compressão.....	94
Figura 70:Absorção.....	95
Figura 71:Densidade da peça úmida para prensagem de 15T (g/cm ³)	96
Figura 72:Montagem dos equipamentos	98
Figura 73:Comportamento da densidade quanto ao carregamento da MF1	99
Figura 74:Comportamento da densidade quanto ao carregamento da MF2	99
Figura 75:Modelo industrial	100

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Massa de resíduo gerado por etapa do processo em base seca	23
Tabela 2: Caracterização físico-química da lama gerada em diferentes etapas	26
Tabela 3: Composição química das misturas elaboradas com argila caulinítica e granito (% em peso) (SOUZA, 2004)	32
Tabela 4: Valores-limite segundo a NBR 10834.....	47
Tabela 5: Exigências segundo a NBR 15.270	48
Tabela 6: Misturas para diferentes umidades e carga de prensagem.....	60
Tabela 7: Composição das misturas para o planejamento Simplex ($q = 3$ e $m = 2$)...66	
Tabela 8: Modelos e equações polinomiais (Montgomery, 1997)	67
Tabela 9: Número de termos polinomiais	68
Tabela 11: Percentuais usados e número de corpos de prova utilizados	70
Tabela 12: Composição química das matérias-primas (% em peso)	74
Tabela 13: Lixiviação da argila forte, fraca e resíduo	77
Tabela 14: Solubilização da argila forte, fraca e resíduo.....	78
Tabela 15: Composição das misturas iniciais.....	79
Tabela 16: Composição das misturas iniciais.....	83
Tabela 17: Análise de Variância das composição das misturas iniciais	83
Tabela 18: Valores esperados e observados da compressão.....	94
Tabela 19: Valores observados e esperados da absorção d'água.....	95
Tabela 20: Valores esperados e observados da densidade.....	97
Tabela 21: Descrição dos equipamentos, materiais e custos de fabricação	101

RESUMO

O processo de produção normalmente usado nas indústrias de cerâmicas vermelhas é a extrusão, onde o material argiloso é umedecido para ser moldado, o que acarreta maior variabilidade dimensional dos blocos devido à retração após secagem e queima. Quando não descartados, embora com deformidades causadas por deformações elevadas, esses blocos se tornam grandes problemas nos canteiros de obra, pois essas deformidades ou acarretam refugo ou exigem correções com o uso de argamassas. Este modelo de produção também exige tempo e grandes espaços físicos para secagem, o que agrega um custo adicional. Devido a esses fatores foi desenvolvido a partir de uma técnica de moldagem do bloco em solo-cimento, um novo modelo de blocos cerâmicos, onde estes deixam de ser extrudados para serem prensados. Isto reduz variações dimensionais e possibilita formatos ainda não utilizados. A técnica de prensagem resgata a eficiência construtiva já conhecida pelos blocos em solo-cimento, possibilitando maior rapidez nas obras, e uma redução no custo de processos de fabricação. Esta técnica permite também adicionar-se à mistura o resíduo de granito, material este que é descartado em grandes volumes sem destino apropriado. Desta forma, este trabalho visa o estudo aprofundado da formulação de um novo bloco cerâmico, por processo de prensagem, partindo do desenvolvimento de massa com introdução de resíduo de granito. Neste trabalho serão analisadas as características físicas, mecânicas e ambientais dos materiais empregados visando uma melhoria nas propriedades dos blocos. Será também analisado o uso do resíduo de granito, proveniente de processos industriais, através do planejamento simplex de misturas. Segundo os resultados obtidos, o planejamento experimental apurou os resultados com precisão permitindo simplificar avaliações experimentais e também reduzir o número de experimentos a serem realizados. A modelagem apresentou resultados de misturas com argilas encontradas na região de Campos dos Goytacazes-RJ e resíduo de granito da região sul do Espírito Santo, para formulação de blocos. Os resultados evidenciaram a importância da densidade bloco de cerâmica prensada,

antes, durante e após a queima, e mostrou que a umidade na prensagem e a carga de compressão também são fatores determinantes para bons resultados de resistência mecânica e da absorção de água das peças queimadas, garantindo atingir os requisitos estabelecidos pela norma NBR 15270.

Palavras chaves: resíduo de granito, solo-cimento, cerâmica

ABSTRACT

The production process typically used in the red ceramic industries is extrusion, type of mold where the clayey material is wet-molded, which results in dimensional variability of the blocks due to shrinkage after the drying and firing processes. When not discarded, although containing deformities caused by larger deformations, these blocks become major problems in construction sites, because these deformities cause them to be disposed aside or require correction with the use of mortars. This production model also demands time and large physical spaces for drying, which adds an additional cost. Due to these factors a new type of ceramic blocks, was developed from a novel molding technique of soil-cement block. In this technique the blocks were no longer extruded but pressed to the final shapes. This reduces the dimensional variability and permits non-conventional shapes. The pressing of technique allows for the constructive efficiency already known for soil-cement blocks, permitting faster building works and a reduction in cost of manufacturing processes. This technique also allows granite waste, which is nowadays discarded without proper use, to be incorporated into the clayey block. Thus, this work aims at the formulation of a detailed study on a new ceramic block fabricated by pressing process. Starting with the development of a clayey mass incorporated with granite waste, the physical and mechanical proprieties of the raw materials, as well as the environmental effects of the news blocks were analysed. It was also investigated the properties in association with the incorporation of granite waste, from the industrial processes, through a simplex planning of mixtures. In fact, according to the results obtained the granite waste addition improved the compression resistance making this a waste material that can be associated with a better product. According to the obtained results, the planning design determined the results accurately allowing a simplified experimental evaluation and also reduced the number of experiments to be performed. The modeling results presented the optimized mixtures with clays found in the region of Campos dos Goytacazes-RJ and granite waste, from the southern region of the Espírito Santo, for the formulation of blocks. The results showed the importance of the density of pressed ceramic block

before, during and after firing. They also showed that the pressing moisture and compression load are also determining factors for good results of strength and the water absorption of the fired blocks, which guaranteed that the requirements, established by the NBR 15270 norm, can be attended.

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

1.1 – ASPECTOS GERAIS

Um importante pólo da indústria de cerâmica vermelha no Brasil é o município de Campos dos Goytacazes que produz cerca de 40% da produção do Estado do Rio de Janeiro, possuindo mais de 100 empresas neste setor específico. Isto se justifica pela vasta reserva de argila existente na região. Segundo XAVIER (2001), a região possui depósitos quaternários do tipo aluvionares, com abundância em material argiloso. A produção concentra-se na fabricação de tijolos e telhas, e em menor escala blocos estruturais.

Inúmeros processos construtivos são usados em tempos atuais, alguns desses marcaram épocas de nossa história, e são até hoje, considerados insubstituíveis. Um exemplo é o uso de estruturas com concreto armado fechados com tijolos argilosos. No entanto, a evolução da construção civil é baixa se comparada com outras técnicas em diferentes áreas. Um processo conhecido que agora tenta ganhar espaço é o da construção modular com blocos estruturais. Esta construção é planejada do início ao fim, diminuindo consideravelmente desperdícios, pois suas paredes são formadas por blocos com dimensões que se completam. A alvenaria estrutural acompanhada dessas modulações ganhou força no Brasil na década de 80 quando pesquisadores começaram a desvendar e analisar materiais e formatos para produção dos blocos (PEDROTI, 2007).

O sistema de prensagem facilita o aparecimento de um modelo de encaixe, que vem ganhando espaço nas construções, baseado em *blocos macho e fêmea*. Essa característica de encaixe, juntamente com a modulação das paredes, possibilita ao construtor um ganho de tempo na montagem das alvenarias, já que este processo favorece o assentamento dos blocos, dispensando o uso da argamassa.

Na tentativa de aliar a cerâmica vermelha, a qual usa preferencialmente a extrusão para a conformação dos artefatos, com a técnica de prensagem de blocos, a qual permite formar blocos macho e fêmea, surgiu uma nova alternativa para a

construção. Esta alternativa utiliza blocos prensados e queimados de encaixe (PEDROTI, 2007).

Além de novos processos construtivos, a engenharia civil juntamente com a engenharia de materiais desenvolve novos produtos cerâmicos incorporados com resíduos com benefícios econômicos e ambientais.

Os resíduos sólidos, um dos tipos de rejeitos industriais (PHILIPPI JR, 1999), são atualmente motivos de preocupação de ambientalistas, políticos e da sociedade. Assim novas leis são elaboradas e aperfeiçoadas, como o Projeto de Lei 121/2003 que *“Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, seus princípios, objetivos e instrumentos, e estabelece diretrizes e normas de ordem pública e interesse social para o gerenciamento dos diferentes tipos de resíduos sólidos”*. A utilização destes materiais para a obtenção de um produto apresenta, dentre outras, a vantagem de diminuir a quantidade de rejeito a ser descartada na natureza, além de agregar valor a um resíduo indesejável, e possibilita também gerar novos empregos.

O setor das rochas ornamentais é uma das atividades industriais que mais tem crescido nas três últimas décadas no Brasil e, conseqüentemente têm aumentado à quantidade de rejeitos, que são atualmente produzidos às toneladas.

O reaproveitamento desses resíduos em algum processo industrial permite um fim racional além da redução do consumo de recursos naturais como às matérias-primas argilosas no caso de produtos cerâmicos..

A necessidade de utilização dos resíduos industriais, como forma de evitar impactos ambientais, torna-se nos dias atuais tão importantes quanto à busca de novas tecnologias (FLOSS, 2006). O sistema de desdobramento de blocos de granito para a produção de chapas, gera uma quantidade significativa de rejeitos na forma de lama, 20 a 25% dos blocos. Essa lama geralmente constituída de água, de granalha, de cal e de rocha moída, após o processo é lançada no meio ambiente em forma de rejeito, ocupando espaços ao ar livre e poluindo o solo.

Os resíduos de serragem de rochas ornamentais, aparentemente sem valor industrial, podem ser usados como componente importante de massas argilosas na fabricação de produtos cerâmicos para uso na construção civil (FALCÃO, 2001). MOREIRA (2003) destaca que as razões para incorporação destes resíduos em massa cerâmica se devem aos seguintes principais aspectos: i) a composição

químico-mineralógica do resíduo; ii) a sua natureza não plástica; e iii) não causa poluição durante a fabricação e uso dos novos produtos cerâmicos.

Estes resíduos são atrativos para o aproveitamento cerâmico por serem constituídos de SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O e CaO . Compostos estes constituintes das matérias-primas usadas na fabricação de produtos cerâmicos, acarretando assim, a diminuição do consumo de matérias-primas naturais, resultando em ganhos ambiental e econômico (MOREIRA *et al.*, 2005).

Desse modo, as misturas dos resíduos de granito com argilas predominantemente cauliníticas de Campos dos Goytacazes-RJ, podem ser utilizadas para produzir produtos cerâmicos, principalmente agregando valor a um subproduto descartado inadequadamente no meio ambiente (XAVIER, 2006).

Tendo em vista estas considerações, propõem-se o desenvolvimento de blocos estruturais fabricados por prensagem e queima de argila incorporada com resíduos de rochas ornamentais. Este desenvolvimento baseia-se em modelagem estatística com planejamento de experimentos em rede simplex.

1.2 – OBJETIVO GERAL

O presente trabalho tem por objetivo desenvolver formulação de massa cerâmica com a utilização de argilas cauliníticas de Campos dos Goytacazes e resíduo do corte dos blocos de granito de Cachoeiro de Itapemirim, para a obtenção de blocos cerâmicos prensados modulares, possibilitando a obtenção de materiais alternativos em uma nova técnica construtiva. O desenvolvimento das formulações foram baseadas em modelagem através da rede simplex de planejamento experimental, a qual visa através de métodos estatísticos avaliar misturas, possibilitando desenvolvimento mais preciso dos dados com respostas através de superfícies de respostas que indicaram os resultados.

O estudo visa também, minimizar os impactos causados pela deposição inadequada dos resíduos, fazendo com que este possa ser empregado na indústria cerâmica da região e ainda agregar valor aos resíduos gerados pelas indústrias de beneficiamento de blocos de granito, produzindo materiais com características permitidas pelas normas vigentes.

1.3 – OBJETIVO ESPECÍFICO

De modo específico, esta pesquisa tem por objetivo determinar os parâmetros de conformação para a obtenção de blocos cerâmicos prensados modulares tais como:

- Pressão de compactação;
- Densidade da peça;
- Umidade de prensagem ideal;
- Granulometria;

Além de:

- Analisar através de ensaios, as propriedades tecnológicas dos blocos de encaixe;
- Obter blocos cerâmicos prensados modulares com os requisitos exigidos por normas técnicas;
- Desenvolver formulações baseadas em modelagem através da rede simplex.
- Analisar o comportamento ambiental dos materiais envolvidos
- Divulgar o uso de metodologias construtivas, planejadas e racionais no atual mercado da construção civil;
- Estudo de layout para fabricação dos blocos prensados;
- Analisar economicamente a viabilidade de implantação de uma unidade produtora e seu custo-benefício.

CAPÍTULO 2 – JUSTIFICATIVA

O município de Campos dos Goytacazes-RJ grande produtor de peças cerâmicas está localizado a cerca de 120km do município de Cachoeiro de Itapemirim-ES grande beneficiador de rochas ornamentais. A possibilidade do uso do resíduo gerado pelas empresas de rochas é vista com muita expectativa, já que o ministério público e os órgãos ambientais locais vêm pressionando estas empresas para encontrar um fim definitivo.

Em Cachoeiro de Itapemirim-ES, esses resíduos oriundos do beneficiamento de rochas são amontoados muitas vezes, em depósitos irregulares ou jogados em aterros sem proteção. Em Campos dos Goytacazes, está localizado o pólo cerâmico que degrada as bases argilosas da região consumindo rapidamente suas fontes. A união de um problema (resíduo), com uma necessidade (diminuir o uso das fontes argilosas), faz deste trabalho mais uma alternativa de destino para um produto que poderá trazer inúmeros benefícios.

Contudo o grande desafio do segmento é de produzir uma grande quantidade de peças praticamente idênticas, com as mesmas características técnicas e estéticas, a partir de matérias-primas com características variadas (Teixeira *et al.*, 2002).

O bloco prensado cerâmico, já estudado por PEDROTI (2007), demonstrou a facilidade e rapidez de montagem de estruturas auto-portantes, porém algumas propriedades e algumas análises devem ser verificadas como: diminuição da absorção d'água, um estudo aprofundado da prensagem, e um estudo de viabilidade econômica.

Com intuito de melhorar a eficiência dos resultados avaliados faz-se uso do planejamento experimental, o qual favorece o experimento reduzindo o tempo de processo, custo operacional, e também possibilita avaliar parâmetros de interação entre objetos do estudo.

Diante dos fatos se faz necessária a intensificação das pesquisas com materiais cerâmicos, afim de reduzir a extração de massas, uma vez que estas

atividades tendem, em médio prazo, a estagnarem suas atividades por problemas ambientais gerados.

CAPÍTULO 3 – REVISÃO DA LITERATURA

Este capítulo apresenta a revisão da literatura utilizada neste trabalho, caracterizando os materiais envolvidos, métodos e resultados encontrados por diversos autores. São descritas ainda características das cerâmicas vermelhas e dos resíduos de rochas ornamentais.

3.1 – MATERIAIS CERÂMICOS

Dá-se o nome de cerâmica à pedra artificial obtida por meio da moldagem, secagem e cozedura de argila ou mistura contendo argila.

A grande diversidade de argilas encontradas na superfície da Terra permite que se obtenham produtos cerâmicos com as mais diversas características tecnológicas, compreendendo o seguinte:

- a) desde produtos rústicos, como tijolos e telhas, até produtos de fino acabamento, como os de porcelana;
- b) desde produtos permeáveis, como velas de filtros, até produtos impermeáveis, como as louças sanitárias e de grés cerâmico;
- c) desde produtos frágeis ao fogo até elementos refratários e resistentes a altas temperaturas;
- d) desde produtos usados como isoladores elétricos até os supercondutores, uma das maiores inovações tecnológicas deste final de século.

3.1.1 – Argilas

As argilas naturais são formadas basicamente de:

- Minerais de argilas, argilominerais, de composição variável.
- Sílica livre, que na maioria das vezes é o quartzo cristalino, com tamanho de partícula superior a 10µm.
- Carbonatos, com tamanho de partícula ultrafino.
- Feldspato, representado pelos alcalinos e alcalinos terrosos.

- Micas não hidratadas, com muscovita e biotita.
- Compostos de ferro e titânio.
- Sais solúveis.
- Matéria orgânica.
- Resíduos carbonáticos.

Do ponto de vista da tecnologia cerâmica, a argila é definida como uma rocha finamente dividida, com alto teor de partículas com diâmetro esférico equivalente inferior a $2\mu\text{m}$, constituído na sua maioria de minerais argilosos, contendo ainda outros tipos de minerais (quartzo, dolomita, gibstita, outros), matéria orgânica e impurezas. As argilas desenvolvem plasticidade quando é adicionado água, e após secagem, perdem plasticidade, e quando submetidas ao calor, adquirem resistência mecânica (Santos, 1989).

As argilas possuem minerais argilosos de grande interesse tecnológico, sendo os principais a illita, caulinita e montmorilonita. Quando o mineral argiloso predominante é a caulinita, estas são denominadas “argilas cauliníticas”.

A caulinita apresenta um empilhamento regular de uma folha de tetraedros de sílica (SiO_4) e o octaedro de hidróxido de alumínio ($\text{Al}_2(\text{OH})_6$) (empilhamento 1:1). Já a illita possui um empilhamento regular de duas folhas de tetraedros de silício e uma de octaedro de hidróxido de alumínio e íon potássio entre as camadas (Santos *et al.* 1999).

A composição química das argilas é comumente apresentada na forma de óxidos. Analisando a composição química das argilas, pode-se observar como será seu comportamento e suas funções dentro da massa cerâmica:

- Sílica (SiO_2) – provém tanto do material argiloso quanto do quartzo livre e de outros aluminossilicatos. O quartzo possui grande resistência mecânica e química, dureza sete na escala de Mohs e é refratário. Um aumento da quantidade de sílica pode provocar um eventual aumento de quartzo livre, diminuindo a resistência mecânica a seco, aumentando a permeabilidade da peça, acelerando a secagem. Melhora a resistência ao impacto.
- Alumina (Al_2O_3) – segundo composto mais abundante na argila, perdendo apenas para a sílica. Sua concentração é um indicador da quantidade de minerais argilosos e plasticidade da argila. Durante a sinterização, a alumina

em combinação com a sílica dá lugar a formação da mulita, composto cristalino em forma de agulhas, que aumenta a resistência mecânica da peça.

- Óxido de ferro (Fe_2O_3) – um dos responsáveis pela coloração vermelha da peça.
- Dióxido de titânio (TiO_2) – assim como o óxido de ferro, ajuda na coloração da argila. É encontrada em percentuais de 0,1% a 0,4%.
- Óxido de cálcio e magnésio (MgO e CaO) – encontra-se na argila como carbonato de cálcio e carbonato de magnésio, sendo mais abundante na forma de carbonato de cálcio. Atuam como modificadores dos poderes de fundência, porém prejudicam a tonalidade final do produto. O CO_2 , formado nas reações acumulam nos poros das peças, causando expansão e contribuem para neutralizar as retrações de queima, além do aumento da porosidade do produto queimado.
- Óxido de sódio e potássio (álcalis livres) – atuam como fundentes.

3.1.2 – Materiais Cerâmicos Vermelhos

Em geral, as propriedades dos materiais cerâmicos variam muito pelas diferenças das ligações químicas. A *American Ceramic Society* define materiais cerâmicos como todos os materiais de emprego em engenharia ou produtos químicos inorgânicos, utilizados perante tratamento térmicos elevados.

As matérias-primas usadas na fabricação de produtos cerâmicos têm origem na natureza, podendo-se citar alguns minerais: argilas, feldspatos, albitas, filitos, talcos, calcários entre outros (BARBOSA, 1997). Alguns são empregados em sua forma natural (bruta), outros são previamente beneficiadas e processadas, agilizando o processo. Uma generalização que deve ser feita é a de que algumas matérias-primas para determinados produtos (tijolos, concretos, refratários, etc.) recebem pouco ou nenhum processamento prévio, enquanto que para outros são intensamente beneficiadas. Por outro lado, há uma tendência para o processamento adicional (trituração, britagem, etc.) das matérias-primas, porque, hoje existem maiores exigências quanto às propriedades dos materiais (VAN VLACK, 2003). Outro ponto importante é a seleção cuidadosa e detalhada das matérias-primas, a fim de obter produtos finais com as características desejadas e que atendam as exigências do mercado.

Os materiais cerâmicos são materiais inorgânicos e não-metálicos. A maioria das cerâmicas consiste em compostos que são formados entre elementos metálicos e elementos não-metálicos para os quais as ligações interatômicas ou são predominantemente iônicas com natureza covalente ou inteiramente covalentes (CALLISTER, 2008).

A palavra “cerâmica” é derivada da palavra grega *kerameikos*, que significa “feito de terra” ou “terroso”. Muito usada na indústria para fabricação de peças para a construção civil, como: ladrilhos, blocos, manilhas, telhas, entre outros, a argila ganhou espaço até mesmo entre os utensílios reais ingleses. Isto ocorreu quando Josiah Wedwood comunicou à Royal Society da Inglaterra os primeiros resultados de seus trabalhos sistemáticos de pesquisa sobre cerâmica, que compreenderam perto de 7000 experiências de queima, dentre elas, a massa que resultou na louça da família inglesa.

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. De modo mais simples, podem-se classificar os materiais em dois grupos: os cerâmicos tradicionais e os cerâmicos técnicos. Os cerâmicos tradicionais utilizam como matéria-prima a argila, sílica e feldspato com relativa pureza. Os cerâmicos técnicos são compostos além destas matérias-primas mais puras, também por outros materiais puros ou quase puros. (XAVIER, 2006).

As propriedades apresentadas por certas argilas como suportar, sem se deformar, altas temperaturas e também ataques corrosivos, proporciona, ao material cerâmico, uma grande e vasta área de estudo. Tal valor foi percebido após observações nos diferentes tempos da história, em que esses materiais sempre revestiam fornos, habitação ou eram usados como utensílios domésticos. Atualmente, o material cerâmico é usado também em foguetes, motores, satélites, entre outros.

A prática de se misturar barro com fibras vegetais para depois moldá-los na forma de tijolos ou blocos de adobe é uma das muitas técnicas de construção com terra conhecida pelo homem desde a Antigüidade (VALENCIANO, 1999).

Por meio de um processamento adequado, as propriedades dessas matérias primas são alteradas em sua composição química, em sua estrutura cristalina e no arranjo das diversas fases componentes. Geralmente, em uma das etapas do

processamento, os materiais são submetidos a temperaturas elevadas para que as propriedades desejadas sejam desenvolvidas (CABRAL, 2005).

Nos argilominerais e cristais não argilosos, as ligações químicas após queima, são iônicas com caráter covalente, o que envolve a troca de carga eletrônica entre pares de átomos. Assim, quando os cristais iônicos e covalentes são deformados por aplicação de uma tensão, ocorre fratura frágil devido à separação de ligações de pares de elétrons, sem haver restauração.

Esta fratura é provocada ao longo de planos cristalográficos ou de clivagem por: poros, diferenças de tamanhos de partículas, fendas, crescimento de trincas entre outros, considerados defeitos da estrutura.

Conseqüentemente são materiais de pouca deformabilidade, visto que estes materiais não absorvem energia suficiente para que haja deformações consideráveis. Os materiais cerâmicos rompem em geral, quando sofrem deformação da ordem de 0,1% (CALLISTER, 2000).

3.1.3 – A Indústria Cerâmica

A cerâmica tem um papel importante para economia do país, com participação no PIB (Produto Interno Bruto) estimada em 1%, segundo dados da ANFACER, o que correspondeu a um faturamento de 15,6 bilhões de reais em 2003. A abundância de matérias-primas naturais, fontes alternativas de energia e disponibilidade de tecnologias práticas embutidas nos equipamentos industriais fizeram com que as indústrias brasileiras evoluíssem rapidamente e muitos tipos de produtos dos diversos segmentos cerâmicos atingissem nível de qualidade mundial com apreciável quantidade exportada.

A indústria da cerâmica vermelha vem buscando, cada vez mais, a obtenção de materiais duráveis, propiciando a ampliação do mercado e o crescimento do valor agregado ao produto final, favorecendo confiabilidade ao produto.

Um grande desafio da indústria cerâmica é produzir com eficiência e qualidade, formando peças uniformes, minimizando o desperdício. As etapas de fabricação das peças cerâmicas necessitam de grandes espaços físicos, tanto para a produção, quanto para estocagem e secagem (PEDROTI, 2007).

No Brasil, várias regiões possuem os atributos para serem desenvolvidas atividades de cerâmica tradicional proporcionado pelo clima tropical, abundância de matéria-prima em função de grandes áreas passíveis de serem exploradas,

facilidade de aquisição de equipamentos, mão-de-obra disponível, entre outros. O déficit habitacional em todas as regiões do país pode favorecer o crescimento significativo deste segmento.

Nos anos 90, esta atividade crescia em média 10% ao ano e o crescimento do país não ultrapassou 3% no mesmo período. Entretanto, a indústria de cerâmica gera um enorme gasto de recursos minerais não renováveis como as jazidas de argila, carvão e gás natural (BUSTAMANTE E BRESSIANI, 2000)

3.1.4 – Processo de Fabricação

Os processos de fabricação empregados pelos diversos segmentos cerâmicos assemelham-se parcial ou totalmente. O setor que mais se diferencia quanto a esse aspecto é o do vidro, embora exista um tipo de refratário (eletrofundido), cuja fabricação se dá através de fusão, ou seja, por processo semelhante ao utilizado para a produção de vidro ou de peças metálicas fundidas. Esses processos de fabricação podem diferir de acordo com o tipo de peça ou material desejado. De um modo geral eles compreendem as etapas de preparação da matéria-prima e da massa, formação das peças, tratamento térmico e acabamento. No processo de fabricação muitos produtos são submetidos a esmaltação e decoração (ABC, 2003).

No caso dos blocos cerâmicos o fluxograma abaixo (Figura 2), ilustra seu processo de fabricação. Diferentes tipos de argilas podem ser usadas para a fabricação de uma peça, onde em muitos casos as indústrias as executam de maneira aleatória, sem nenhum estudo prévio das propriedades físicas e químicas (ABC, 2003).

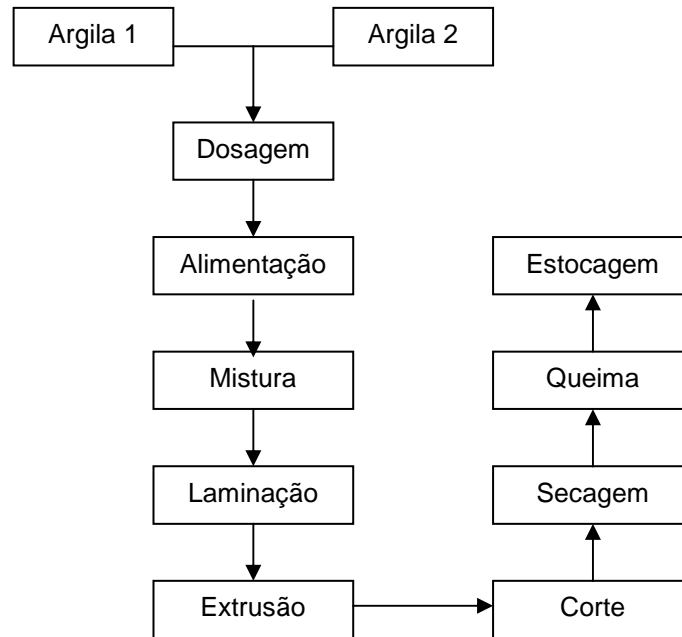


Figura 1:Exemplo de fluxograma de produção de blocos cerâmicos (ABC, 2003) adaptado.

Faz-se a dosagem da massa com um ou mais material argiloso, o qual é levado para homogeneização da mistura. Em seguida lamina-se e posteriormente a peça verde segue para a extrusão. O corte das peças é realizado e o material é levado para secagem por processo mecânico ou natural. Após esse período, é levado para queima, e em seguida a estocagem (ABC, 2003).

3.1.5 – Produção de Cerâmica Vermelha em Campos dos Goytacazes -RJ

Um importante pólo da indústria de cerâmica vermelha no Brasil é o município de Campos dos Goytacazes que produz cerca de 40% da produção de cerâmica vermelha do Estado do Rio de Janeiro, possuindo mais de 100 empresas no setor, isso se justifica pela vasta reserva de argila. Segundo XAVIER (2001), a região possui depósitos quaternários do tipo aluvionares, com abundância em material argiloso. A produção concentra-se na fabricação de tijolos e telhas e, em menor escala, na fabricação de blocos estruturais. A Figura 01, encontra-se um pátio de secagem de blocos de uma indústria cerâmica.



Figura 2: Pátio de secagem de blocos

É característica local, os depósitos argilosos apresentarem dois tipos de argilas de forma estratificadas. Encontra-se uma argila "gorda" na camada inferior e uma argila "magra", porém de boa plasticidade, na camada superior. É prática comum a extração volumétrica destas argilas numa proporção de 1:1 para a fabricação de tijolos. Esta mistura é determinada de forma empírica, devido principalmente às facilidades de extração das matérias-primas nesta proporção. Ainda, esta mistura apresenta plasticidade adequada para conformação via extrusão, facilidade de secagem e possibilita que se alcance as propriedades finais desejadas de acordo com as especificações de norma (VIEIRA *et al.*, 2000).

Qualquer tentativa responsável para redução do consumo de matéria-prima deverá ser de ampla utilidade para o desenvolvimento do setor cerâmico. Além disto deve-se evitar, após a exploração, o surgimento de áreas com grandes cavas não utilizáveis. A Figura 3 apresenta uma área degradada pela lavra de massas argilosas localizada no município de Campos/RJ.



Figura 3:Área degradada pela lavra de massas argilosa no município de Campos dos Goytacazes-RJ (XAVIER, 2006)

Como na maioria dos processos produtivos, o setor cerâmico também possui perdas. Grande parte do processamento é mecânico, o que levaria a uma perda mais baixa, mas não é isso que ocorre na prática. As perdas acontecem em todas as etapas de produção, desde a extrusão até a embalagem do produto final. Já na homogeneização, quando é constatada uma mistura não adequada, o bloco já extrudado é descartado como observado na Figura 4. Outras partes do processo, com elevadas perdas, são o transporte e o manuseio (PEDROTI, 2007).



Figura 4:Perdas durante a extrusão das lajotas (PEDROTI, 2007)

Chamote, nome dado ao caco de tijolo, quando descartado por problemas na peça, é um grande problema para o setor, tanto na área produtiva quanto na área ambiental. As elevadas quantidades de chamotes geram inúmeras dificuldades, pois não podem ser descartados na natureza, tomando grandes espaços nas empresas (Figura 5).



Figura 5: Acúmulo de chamote no pátio da indústria (PEDROTI, 2007)

Segundo VIEIRA *et al.* (2004), há um percentual de perda após queima bastante variado. As cerâmicas que adotam critérios de controle de qualidade apresentam uma perda na etapa de queima entre 0,5% e 1%. Entretanto, algumas cerâmicas chegam a apresentar 10% de perda da produção somente na etapa de queima.

Contudo, um dos desafios do segmento é o de produzir uma grande quantidade de peças praticamente idênticas, com as mesmas características técnicas e estéticas, a partir de matérias-primas com características variadas (TEIXEIRA *et al.*, 2002).

As argilas de Campos dos Goytacazes-RJ 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 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 ainda associar-se a depósitos de diatonita, e de pântanos e brejos, onde o sedimento característico é a turfa (material predominantemente orgânico de cor cinza) (PROGIR, 1984).

Segundo RAMOS (2000), a região Norte Fluminense possui uma área de aproximadamente 620 km² de sedimentos argilosos com cerca de 664 milhões de m³ de argilas plásticas e 927 milhões de m³ de argilas siltosas. Estudos realizados por VIEIRA (2001), indicam que os depósitos de argila da região de Campos/RJ perdurarão por mais 180 anos para uso em atividades de cerâmica vermelha.

Essas argilas se classificam em duas categorias: argilas primárias e argilas secundárias ou sedimentares. As primeiras são formadas no mesmo local da rocha mãe e têm sido pouco atacadas pelos agentes atmosféricos. Possuem partículas mais grossas e coloração mais clara, são pouco plásticas, porém de grande pureza e possuem alto nível de fusão. O caulim é uma das argilas deste tipo (COOLBEK, 1989).

Argilas secundárias ou sedimentares, que representam as argilas da região de Campos-RJ, são as que têm sido transportadas longa e lentamente para mais longe da rocha mãe pela água, pelo vento e incluindo ainda o degelo. A água especialmente, fragmenta a argila em partículas de diferentes tamanhos, fazendo com que as mais pesadas se depositem primeiro, as outras vão se depositando de acordo com seu peso pelo decorrer do caminho, sendo que as partículas mais leves se depositam onde a água pára.

As secundárias são mais finas e plásticas que as primárias, podendo, no entanto conter impurezas ao se misturarem com outras matérias orgânicas (LEACH, 1981).

3.1.6 – Massas Cerâmicas

Em geral as massas cerâmicas são compostas por materiais argilosos e não-argilosos bem como materiais fundentes e refratários; além de aditivos que possam melhorar a reologia das suspensões aquosas, podendo ser orgânicos ou inorgânicos (FERRARI, 2000).

Primeiramente é necessário que seja conhecida a propriedade final do produto que se deseja fabricar para que as massas cerâmicas sejam desenvolvidas visando atender as especificações solicitadas, principalmente, pelos mercados consumidores. As massas que compõem os corpos cerâmicos, também chamados de biscoito ou suporte, podem ser classificadas de acordo com as matérias-primas empregadas, em MOTTA (2002):

- **massa simples ou natural:** são aquelas que se referem à utilização de uma só matéria-prima, e que dispensa as necessárias proporções entre os minerais, permitindo a fabricação da peça cerâmica desejada. Como exemplo, pode-se citar as massas para o fabrico de telhas, tijolos e revestimentos via-seca. Podem ainda conter a mistura de mais de uma argila ou de materiais argilo-arenosos.
- **massa composta ou artificial:** são aquelas compostas por uma mistura de diversas matérias-primas, cada uma com suas proporções devidamente estabelecidas em peso ou volume. Referem-se, por exemplo, às massas de louças sanitárias e de revestimentos via-úmida.

As matérias-primas que compõem a massa, principalmente a massa composta, são agrupadas em *plásticas* e *não-plásticas*. Os materiais plásticos apresentam importantes características na etapa de conformação das peças cerâmicas, como moldagem e resistência mecânica a verde (MOTTA, 2002).

O termo plasticidade diz respeito à capacidade de um material ser deformado plasticamente sem romper, permanecendo no estado deformado (VAN VLACK, 1970).

Os materiais não-plásticos atuam também na etapa de conformação e secagem, com a função de diminuir a retração das peças e ajudando na secagem. Estes materiais trabalham em equilíbrio com os materiais plásticos, controlando as transformações e deformações. Os materiais não-plásticos podem se apresentar ainda como inertes, vitrificantes e fundentes, na fase de queima (MOTTA, 2002).

Os materiais fundentes e refratários devem ser dosados proporcionalmente nas massas cerâmicas, de modo que atendam as características do produto desejado. Uma aplicação demasiada de fundentes, apesar das vantagens que aparentemente proporcionam em relação à diminuição da porosidade e conseqüentemente aumento na resistência mecânica e redução na absorção de água nos revestimentos cerâmicos, pode provocar alguns problemas, como falta de estabilidade dimensional e deformação nas peças obtidas (PIANARO, 2004).

Enfim, deve-se considerar três aspectos na avaliação e/ou desenvolvimento de uma massa, que são (PIANARO, 2004):

- **a fabricabilidade:** que é a aplicação da massa desenvolvida no processo de fabricação, e que seu comportamento seja condizente com as situações reais de uma indústria cerâmica;
- **as características do produto final:** as massas devem suprir as características desejadas para o produto final, tais como: resistência mecânica, absorção de água e estabilidade dimensional;
- **aspectos econômicos:** adequar as características finais e a massa desenvolvida à logística de transporte das matérias primas até a indústria, reduzindo assim custos de fabricação.

3.1.7 – Caracterização das Massas Cerâmicas de Campos dos Goytacazes-RJ

Massas de cerâmica vermelha usadas nas indústrias de Campos dos Goytacazes, região norte do Estado do Rio de Janeiro, caracterizam-se por apresentar um comportamento de queima refratário que, para alguns tipos de produtos como telhas e pisos extrudados, não permite alcançar as propriedades requeridas. Um estudo comparativo das características de uma típica massa cerâmica para telhas do município de Campos dos Goytacazes e massas de reconhecida qualidade provenientes de outras regiões, constatou que a massa de Campos apresenta característica significativamente diferentes das demais (VIEIRA *et al.*, 2003). Dentre estas características destacam-se um elevado percentual de alumina, baixo percentual de sílica, excessivo conteúdo de minerais argilosos e elevada perda de massa durante a queima, associada basicamente à predominância caulínica das argilas locais. Além disso as argilas possuem gibsita (hidróxido de alumínio) em sua composição mineralógica (VIEIRA *et al.*, 2002). A gibsita durante a queima sofre uma transformação pseudomórfica em temperaturas em torno de 260°C, contribuindo também para aumento da refratariedade e perda de massa (VIEIRA *et al.*, 2004).

Como alternativas para melhorar as propriedades após queima dos produtos pode-se reformular a massa cerâmica, aumentando o teor de fundentes e/ou a temperatura de queima. Os fundentes atuam na formação de fase líquida o que facilita o preenchimento dos vazios na microestrutura do material, contribuindo para incrementar a densificação e reduzir a porosidade. (FONSECA *et al.* 1999; RIELLA *et al.*, 2002), por meio de um processo comumente chamado de vitrificação. A

temperatura de queima, a percentagem e proporção dos óxidos alcalinos, bem como sua procedência mineralógica, são alguns dos fatores determinantes no processo de vitrificação.

Alguns estudos verificam que misturas de argilas cauliníticas com pó proveniente do granito agem como fundentes.

3.1.8 – Queima

Segundo ROSS (1991), o objetivo da queima na indústria cerâmica é transformar um material friável num produto resistente através da ação do calor. Durante a queima, o material sinteriza. As partículas, em contato mecânico, criam continuidade da matéria na região do contato, isto é, as partículas se unem umas as outras em nível atômico. Os contatos formados crescem em função do transporte dos átomos ou íons para esta região. Ao longo da queima, ocorre uma série de transformações químicas e físicas no material: perda de massa associada às transformações químicas, densificação e vitrificação associada a transformações físicas (NONI Jr., 2005).

Transformações físicas:

- Desidratação: perda da umidade, de capilaridade e de água absorvida.
- Dilatação e Retração Térmica: variação das dimensões das placas com o aquecimento e resfriamento.
- Transformações alotrópicas: mudança do arranjo cristalino de determinados materiais, a mais conhecida é a transformação do quartzo de α para β a 573 °C.
- Fusão: mudança de estado físico do sólido para o líquido.
- Sinterização: transporte do material ainda no estado sólido de uma região qualquer para a região de interface entre duas ou mais partículas.

Transformações químicas devido ao processo térmico:

- Perda de água de constituição: água que faz parte da estrutura cristalina dos argilominerais.
- Decomposição da matéria orgânica.
- Decomposição de carbonatos: $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$.

- Aumento de oxidação dos óxidos de ferro e enxofre.
- Formação de novas fases: mulita, por exemplo.

3.1.9 – Fratura Frágil de Cerâmicas

O processo de fratura frágil consiste na formação e propagação de trincas através do material como resposta à carga aplicada. O crescimento da trinca em cerâmicas policristalinas geralmente ocorre nos grãos e/ou ao longo de planos cristalográficos específicos (planos de clivagem) (BECK, 2006).

Ainda o autor destaca que as resistências à fratura medidas para os materiais cerâmicos são substancialmente inferiores às aquelas estimadas pela teoria a partir das forças de ligação interatômicas. Isso pode ser explicado pela existência de defeitos muito pequenos presentes no material, os quais servem como fatores de concentração de tensões, ou seja, pontos onde a magnitude de uma tensão aplicada é amplificada chegando a ordem de grandeza dos valores teóricos. O grau de amplificação da tensão depende do tamanho, forma e posição do defeito, com relação à direção do carregamento, sendo maior no caso de defeitos longos e pontiagudos. Esses concentradores de tensão podem ser pequenos defeitos de superfície ou defeitos internos, como por exemplo, poros e arestas de grãos, os quais são muito difíceis de serem eliminados. Uma concentração de tensões na extremidade de um defeito pode causar a formação de uma trinca, a qual pode se propagar até uma fratura do material.

Para tensões de compressão, é bem menor a amplificação de tensões associada com qualquer defeito existente. Por essa razão, as cerâmicas frágeis exibem resistências muito maiores em compressão do que em tração (com valores de cerca de dez vezes maiores) (CALLISTER, 2002).

3.1.10 – Influência da Porosidade nas Propriedades Mecânicas

Em cerâmicas, após a conformação dos corpos a verde, existem poros ou espaços vazios entre as partículas. Durante o processo de sinterização, a maior parte da porosidade deverá ser eliminada. Entretanto, é freqüente a ocorrência de poros. Qualquer porosidade residual terá uma influência negativa tanto sobre o comportamento elástico como sobre a resistência mecânica da cerâmica sinterizada.

A porosidade exerce um efeito negativo sobre a resistência mecânica principalmente devido a dois motivos: i) os poros reduzem a área de seção reta (ocupada pela fase sólida) na qual a carga é aplicada e ii) os poros também agem como concentradores de tensões, influenciando diretamente tanto no módulo de elasticidade como na resistência e tenacidade à fratura das cerâmicas (CALLISTER, 2002, FREIMAN, 1996).

3.2 – *ROCHAS ORNAMENTAIS*

3.2.1 – O Setor de Rochas Ornamentais

Segundo o Núcleo Regional de Informações Tecnológicas do Espírito Santo, Rochas de qualidade (NITES, 1994), o Brasil é um dos maiores produtores e exportadores de rochas ornamentais do mundo. Dentre elas, destaca-se o mármore, o granito propriamente dito, o diorito, e o gnaisse, comercialmente conhecidos por mármore e granito. O estado do Espírito Santo é o principal pólo de rochas ornamentais do país instalado na região de Cachoeiro de Itapemirim.

A Figura 6 mostra o mapa do Espírito Santo e a localização das regiões norte e sul, indicando maiores concentrações de atividades em torno de uma mesma cadeia produtiva.

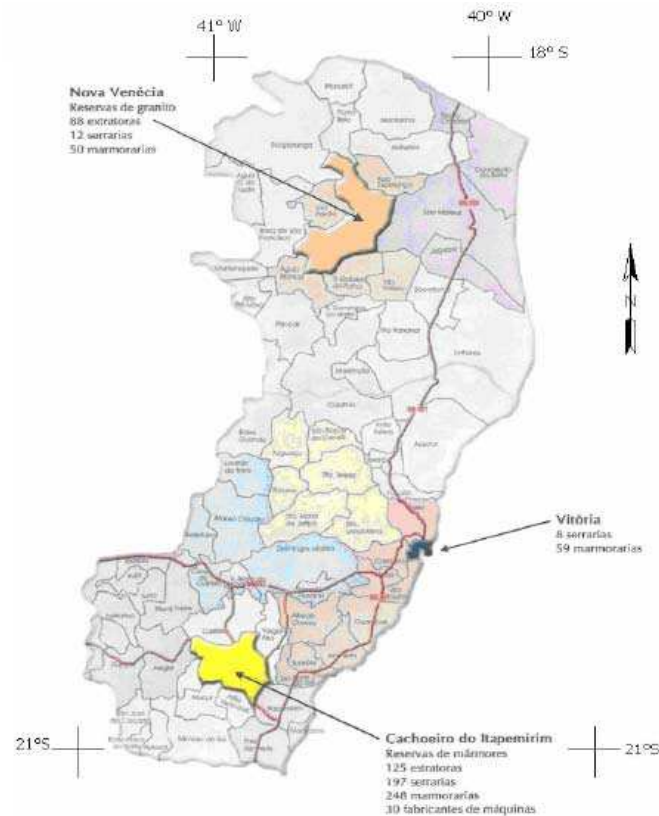


Figura 6: Mapa do Espírito Santo e os municípios com atividades em rochas ornamentais. Adaptado (SPÍNOLA, 2003)

O município de Cachoeiro do Itapemirim, responde por cerca de 90% da produção capixaba, sendo este setor mineral a principal atividade econômica da região, responsável pela geração de milhares de empregos diretos e indiretos. As pedras ornamentais de Cachoeiro de Itapemirim-ES não somente suprem o mercado nacional, como grande parte é exportada principalmente para os Estados Unidos e países europeus (NITES, 1994).

Para o uso destas rochas na construção civil, é necessário inicialmente a separação da rocha e depois o seu desdobramento por serragem para obtenção de blocos e chapas brutas. Em seguida é feito um processo de polimento nas peças serradas, resultando em produtos acabados para o mercado (SOUTO *et. al*, 2001).

Segundo NEVES (2002), as principais aplicações do mármore e granito incluem tanto peças isoladas, como esculturas, tampos e pés de mesas, balcões, lápides e elementos de arte funerária em geral. Em edificações, destacam-se como elementos para revestimentos internos e externos de paredes, pisos, pilares, colunas, soleiras, bem como para divisórias, prateleiras e bancadas em geral.

3.2.2 – O Resíduo de Rochas Ornamentais

Um dos problemas enfrentado pela indústria de extração e beneficiamento de rochas ornamentais no Brasil é a poluição do meio ambiente, causado pela disposição final do resíduo da serragem, polimento e desdobramento. Este resíduo pode alcançar rios, lagos, córregos e até mesmo os reservatórios naturais de água, pois eles são lançados no ecossistema sem nenhum tratamento prévio. Além disso, o resíduo na forma de lama afeta a paisagem esteticamente e necessita-se de grande espaço para a sua estocagem, bem como um alto custo do recolhimento e armazenamento. Ressalta-se, ainda, que este resíduo (lama) quando seco constitui-se num pó fino que provoca danos à saúde humana (SILVA, 1998).

Segundo NITES (1994), no desdobramento de blocos em chapas, ocasiona perdas de até 30% no processo de serragem dos blocos produzindo rejeito da rocha.

No caso de Cachoeiro do Itapemirim-ES, estima-se da ordem de 400 ton/mês de resíduos na forma de lama (SOUTO *et al.*, 2001).

A minimização na geração destes resíduos vem sendo feita com o uso de fio diamantado que corta a rocha com maior precisão (FILGUEIRA, 2001). A lama obtida geralmente é constituída de pó de rochas, que corresponde a cerca de 25% do bloco beneficiado, além de outros acessórios como granalha metálica, cal e água. Outros autores apresentam esta perda como de 20 a 25% (MOREIRA *et al.*, 2003), 25% (MANSOLDO; PIAZZI, 2002), 25 a 30% (MOURA *et al.* 2002; VIEIRA *et al.*, 2003) e 30 a 40% (MELLO *et al.*, 2006).

A Tabela 1, pesquisado por FERREIRA *et al.* (2007) apresentada o quantitativo de resíduos gerados por etapa de processo em lama seca.

Tabela 1: Massa de resíduo gerado por etapa do processo em base seca

	Desdobramento (kg/bloco processado)	Polimento (kg/chapa polida)	Corte (kg/chapa serrada)
Rochas	10296,45	13,73	7,42
Insumos	974,50	4,30	0
Total	11270,95	18,03	7,42

O completo processo de beneficiamento de um bloco de 33 toneladas resulta na geração de aproximadamente 13 toneladas de resíduos na forma de lama em

base seca, sendo a maior fração decorrente da etapa de desdobramento (11,2 ton), seguido pelo polimento (1,3 ton) e corte (0,5 ton). A massa total de lama a ser gerenciada pela empresa é função também do método de tratamento da lama, determinante na umidade final. Considerando 60% de umidade em todas as lamas, ter-se-ia a geração de 20,3 toneladas de lama (Figura 7) no completo processamento de um bloco de 33 toneladas (FERREIRA *et al.*, 2007).

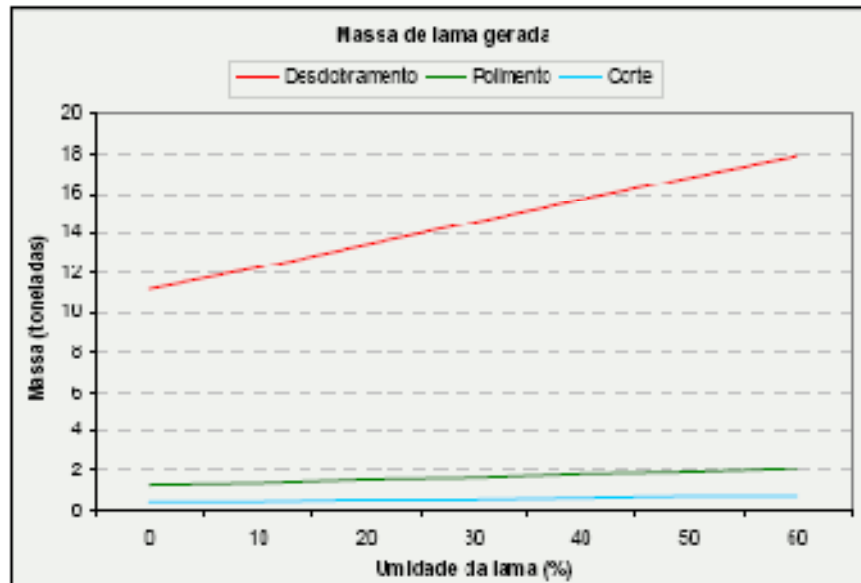


Figura 7: Variação da massa de lama gerada no processamento de um bloco de 33 toneladas em função da umidade (FERREIRA *et al.*, 2007)

Quanto à classificação ambiental de resíduos, seja qual for a sua origem, a norma ABNT 10004 (2004) classifica-os em função de suas propriedades físicas, químicas ou infecto-contagiosas, podendo apresentar riscos à saúde pública, provocando ou acentuando um aumento na mortalidade ou incidências de doenças, e/ou ao meio ambiente, quando o resíduo é manuseado ou destinado de forma inadequada.

De acordo com a norma ABNT 10004 (2004), os resíduos sólidos estão divididos nas seguintes classes:

- Classe I – Perigosos; aqueles que apresentam características como: inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade, patogenicidade;
- Classe II – Não Perigosos

- Classe II A – Não inertes; segundo a norma, são aqueles que não se enquadram como resíduo de classe I ou de classe II B-Inertes. Estes resíduos podem ter como propriedades a combustibilidade, a biodegradabilidade ou a solubilidade em água;
- Classe II B – Inertes; quando amostrados de uma forma representativa, segundo a ABNT NBR 10007, e submetidos a um contato dinâmico e estático com água destilada ou deionizada, à temperatura ambiente, conforme ABNT NBR 10006,-não tiverem nenhum de seus constituintes solubilizados a concentrações superiores aos padrões de potabilidade de água, excetuando-se aspecto, cor, turbidez, dureza e sabor;

Segundo estudos realizados por MOTHÉ (2001) e SILVA (1998) a lama quando seca torna-se um resíduo sólido não biodegradável classificado como resíduo classe II B - inerte. Quando este resíduo não é descartado de forma correta pode alcançar rios, lagoas, córregos e até mesmo os reservatórios naturais de água, provocando problemas de assoreamento, causando danos ao meio ambiente.

A problemática ambiental tem despertado nos últimos anos grande interesse no Brasil. As leis de controle ambiental tornaram-se mais severas e os órgãos de fiscalização ambiental tornaram-se mais eficientes. Por outro lado, os custos de disposição de resíduos de forma ecologicamente correta são elevados. Isto tem motivado a busca de alternativas tecnológicas viáveis para a disposição de resíduos industriais (MOREIRA *et al.*, 2005). A Figura 8 apresenta um depósito da lama proveniente da serragem dos blocos de granito em uma indústria de beneficiamento de mármore e granito da cidade de Cachoeiro de Itapemirim-ES.



Figura 8: Depósito da lama proveniente da serragem dos blocos de granito (XAVIER, 2006)

A Tabela 2, de FERREIRA *et al.* (2007) apresenta a caracterização físico-química da lama gerada em diferentes etapas das indústrias de beneficiamento de granito.

Tabela 2: Caracterização físico-química da lama gerada em diferentes etapas

Parâmetro	Unidade	Etapa		
		Corte	Politriz	Tear
Sólidos Totais	mg/L	1213010,00	1017680,00	964308,69
Sólidos Totais	g/kg	701,57	623,96	586,92
Sólidos Fixos	g/kg	700,06	617,94	578,96
Sólidos Voláteis	g/kg	1,51	6,02	7,96
Sólidos Suspensos	g/kg	431,13	275,40	385,30
Densidade	g/mL	1,73	1,63	1,64
Umidade	%	29,84	37,61	41,31
pH	-	9,49	9,69	12,93
Óleos e Graxas	mg/kg	340,20	284,70	173,33
Fluoretos	mg/kg	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Cloretos	mg/kg	4,00	8,00	13,00
Cálcio	mg/kg	880,00	960,00	12240,00
Magnésio	mg/kg	98,00	389,00	97,00
Enxofre	mg/kg	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Fósforo	mg/kg	900,31	782,54	113,13
Alumínio	mg/kg	1,31	0,92	0,85
Ferro	mg/kg	124,00	155,00	192,00
Fenol	mg/kg	< 0,05	< 0,05	-
Benzeno	mg/kg	< 0,01	< 0,01	-
Tolueno	mg/kg	< 0,01	< 0,01	-
NTK	mg/kg	182,02	220,19	-
Amônia	mg/kg	87,94	94,89	-
Nitrato	mg/kg	< 0,01	< 0,01	-
Nitrito	mg/kg	< 0,001	< 0,001	-

Um tear consome 4 mil litros de água por dia (CHIODI FILHO, 2000), como o município de Cachoeiro de Itapemirim-ES possui aproximadamente 900 teares, tem-se um consumo diário de 3,6 milhões de litros de água e, após o processo de beneficiamento, esta água se transforma em efluente líquido sem utilidade. A poeira de sílica é desprendida do processo de serragem dos blocos de granito, ficando suspensas no ar e podem causar risco aos trabalhadores do setor se expostos durante longo tempo. Neste caso, pode ocasionar doença conhecida como epidemiologia da silicose que se relaciona com o câncer de pulmão.

Segundo ALGRANTI *et al.* (2004) estima-se que mais de 86 mil trabalhadores no setor de rochas ornamentais brasileiro são definitivamente expostos ao pó de sílica (em pelo menos 30% da jornada semanal de trabalho). As empresas pouco investem em programas eficientes de eliminação da sílica suspensa no ar.

3.2.3 – Processo de formação dos resíduos

Depois de extraídas, as rochas graníticas em forma de matacões, são transportadas para as serrarias para o desdobramento ou serragem, processo de transformação dos blocos em chapas ou placas semiacabadas, de espessuras que variam de 1 a 3 cm, utilizando máquinas denominadas de teares. Os teares mais comuns utilizam lamas abrasivas, que tem como principais objetivos: lubrificar e resfriar as lâminas, evitar a oxidação das chapas, servir de veículo ao abrasivo (granalha) e limpar os canais entre as chapas. Composta por água, granalha, cal e rocha moída a lama abrasiva é distribuída por chuveiros sobre o bloco através de bombeamento (SILVA, 1998). A Figura 9, apresenta o fluxograma do processo industrial.

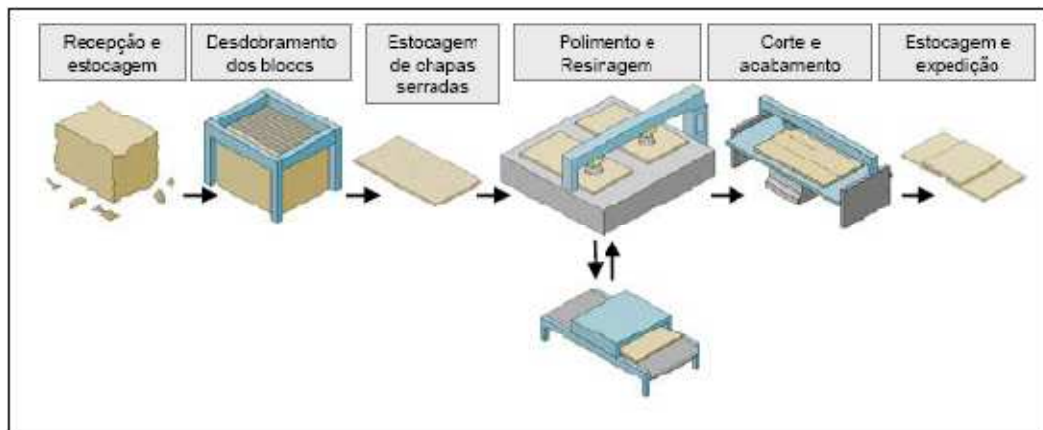


Figura 9: Fluxograma industrial de beneficiamento do granito (FERREIRA et al., 2007)

O controle da viscosidade é realizado acrescentando-se periodicamente água e descartando-se a parcela da mistura de menor granulometria, que é bombeada para um tanque onde é efetuada a separação da mistura de maior granulometria. Nos casos mais gerais, esta separação é feita por densidade. Deixa-se o tanque ser preenchido completamente e separa-se a fração de menor granulometria que se posiciona na região superficial, de onde será descartada por transbordamento (ROCHAS DE QUALIDADE, 1993).

A partir deste descarte, o resíduo é transportado e, posteriormente, depositado em poços e lançados em tanques de deposição final. Estes tanques absorvem toda a geração de rejeito do desdobramento. Uma vez cessada esta capacidade, o volume depositado é removido para que o tanque fique novamente pronto para estocagem de nova quantidade de resíduo (FARIAS, 1995).

Quanto a sua morfologia e estrutura, o resíduo apresenta-se basicamente com três fases distintas: branca, cinza claro e cinza escuro. A fase branca é caracterizada pela presença do elemento ferro (93%) e por outros elementos Si (5%), Ca e Al em menor quantidade, esta fase constitui a fração metálica do resíduo e é constituída de partículas de morfologia irregular e superfícies arredondadas. A fase cinza claro é caracterizada como sendo constituída de outros componentes da mistura abrasiva (cal e resíduo da própria rocha, Si (40%)) possuem morfologia regular e cantos arredondados. A fase cinza escuro é caracterizada pela presença de elementos da própria rocha granítica, com a mesma morfologia da fase anterior (SILVA, 1998).

3.3 – UTILIZAÇÃO DO RESÍDUO DE ROCHAS ORNAMENTAIS EM CERÂMICA ARGILOSA

Um grande desafio na atualidade é o aproveitamento de forma racional de resíduos provenientes de processos industriais, operações de lavra e beneficiamento de rochas ornamentais.

Ao transformar matérias - primas, de modo a torná-las úteis para a sociedade, o homem produz quantidades apreciáveis de resíduos que no momento, em que são produzidos, são inúteis e que, ao longo do tempo, acabam por comprometer o meio ambiente (FELLENBERG, 1980).

Segundo SILVA (1998), a necessidade de cumprir às exigências de manejo e disposição de resíduos sólidos gerados nas atividades industriais, vem sendo imposta, nas duas últimas décadas, seja pelas leis ambientais ou por movimentos ecológicos em todo o mundo, tornando – se um grande desafio para os sistemas produtivos. Neste contexto, a industrialização de rochas ornamentais necessita se conscientizar da responsabilidade de fazer mineração auto-sustentável, ou seja, com respeito ao meio ambiente e à comunidade.

Neste cenário, a indústria de cerâmica vermelha aparece com um grande atrativo para promover a reciclagem de rejeitos, pois emprega um grande volume de massa argilosa. A matéria-prima utilizada possui uma variedade de minerais e argilominerais produzindo comportamento variado do produto acabado, e o rejeito sendo introduzindo na planta industrial, não modificaria a estrutura do processo cerâmico. Isto significa que não alteraria sua rota. Além disto, tal procedimento colaboraria para o aproveitamento máximo dos recursos naturais disponíveis e redução de área degradada pela atividade da indústria cerâmica, pelo menos, prolongaria a atividade cerâmica (XAVIER, 2006).

KINGERY *et al.* (1975) descrevem que no processo industrial, quando o resíduo é adicionado na argila, a grande quantidade de sílica livre contribui para modificar a plasticidade e facilitar a etapa de secagem da argila. No entanto, um excesso de quartzo pode dificultar a extrusão dos artefatos de cerâmica e reduzir a resistência mecânica. O Al_2O_3 está provavelmente associado com o SiO_2 e óxidos alcalinos e alcalinos terrosos para formar as fases feldspáticas. A grande quantidade de óxidos alcalinos, K_2O+Na_2O (~8%) confirma o potencial fundente do resíduo, o que pode melhorar o processo de sinterização através da formação de fase líquida.

MONTEIRO *et al.* (2004) descrevem que a representativa porcentagem de partículas finas contidas no resíduo pode contribuir para reduzir o aparecimento de trincas na cerâmica, através da redução de sua plasticidade, além de favorecer a dissolução de quartzo durante a etapa de queima.

Trabalhos realizados por DOMÍNGUEZ e ULLMANN (1996) indicam a possibilidade de utilização de resíduos sólidos gerados pelos moinhos de aço nas fabricas de pelotização de minério de ferro. Estimados em 27 mil toneladas/ano na Argentina, verifica-se que o resíduo incorporado na massa cerâmica (20%) após queima produz “tijolos ecológicos” de boa qualidade com emissão de gases perigosos dentro dos limites aceitáveis.

NEVES *et al.* (2000) apresentaram o uso do resíduo de granito como matéria prima em revestimentos cerâmicos. As temperaturas de queima foram de 1050°C até 1150°C. A massa cerâmica avaliada continha 24% de argila, 15% de caulim, 31% de resíduo de granito, 10% de calcita e 20% de quartzo. Os resultados indicaram 19,3 MPa de resistência a flexão a 1150°C sendo classificado pela NBR 13.818 como material semiporoso (BIIb – 18 a 30 MPa) e absorção de água entre 10% e 20%.

Quanto mais fino o material, maior será a superfície específica. Quando se reduz a seção dos poros e aumenta o número de contatos entre as partículas, a resistência mecânica a seco da cerâmica aumentará. Já na queima, o processo de vitrificação começa pela superfície das partículas. Portanto, quanto maior essa superfície, mais rapidamente e a uma menor temperatura o material vitrificará, sendo obtida uma peça queimada de menor porosidade e maior resistência mecânica, (ABAJO, 2000).

FERREIRA *et al.* (2001) reformularam massas cerâmicas para revestimento cerâmico com introdução de até 34% de resíduo de granito. Os resultados indicaram que as amostras a 1175°C apresentaram absorção de água (10 e 20%) e tensão de ruptura (18 a 30 MPa) sendo classificado, de acordo com a NBR 13.818, como revestimento semi-poroso BIIb.

MOTHÉ FILHO *et al.* (2001) estudaram as propriedades térmicas e mecânicas da incorporação de resíduo de granito em 5% e 10% na massa cerâmica. A análise térmica diferencial mostrou a 573°C a transformação do quartzo α em quartzo β e a 970°C a pré-nucleação da mulita. A resistência mecânica da peça comercial foi de 1,4 MPa, quanto que com 5% e 10% p/p (por peso) de rejeito foi de 2,5 MPa e 2,1 MPa respectivamente.

SOUTO *et al.* (2001) estudaram a influência do ferro (Fe_2O_3) contido nos resíduos de granito na massa de conformação de cerâmica vermelha. Os resultados indicaram que o ferro proveniente da granalha do processo de serragem dos blocos de granito não tem grande influência nas características cerâmicas.

MENEZES *et al.* (2001) estudaram o uso de um rejeito de granito, oriundo da decantação de efluente industrial no processo de obtenção de agregados graúdos para concretos (britas), em composições de cerâmica vermelha para produção de tijolos e telhas. Através de ensaios de caracterizações físico-químicas, concluíram

que as propriedades permaneceram dentro das especificações exigidas para os produtos.

MENEZES *et al.* (2002) avaliaram o uso do resíduo da serragem de granito da Região Nordeste, como alternativa para a cerâmica regional na produção de blocos e revestimentos. Com base nos resultados os autores verificaram que os resíduos apresentam características físicas e mineralógicas semelhantes às das matérias-primas cerâmicas convencionais. Verificaram também que corpos cerâmicos formulados com resíduos apresentam características dentro das especificações da normalização brasileira tanto para blocos como para revestimentos cerâmicos. Foram adicionados à massa cerâmica teores de 20% a 60% e queima entre 750°C e 1000°C para os blocos e 15% a 40% com queima de 1050°C a 1200°C, para os revestimentos.

Neste caso os resíduos apresentaram massas específicas reais, distribuições granulométricas e áreas específicas semelhantes às das matérias-primas cerâmicas convencionais, situando-se entre os valores das matérias-primas plásticas e não plásticas; os resíduos analisados são constituídos essencialmente por quartzo, feldspato, calcita e mica, sendo um deles composto basicamente por quartzo e caulinita. Além disto, a adição de resíduo às massas cerâmicas para blocos, provoca uma elevação na absorção de água e uma redução na resistência à compressão simples dos blocos cerâmicos. Constataram também que blocos com teores de até 50% de resíduos apresentam características cerâmicas dentro das especificações da normalização. Finalmente os autores verificaram que as massas cerâmicas com adições de resíduo podem ser usadas na confecção de revestimentos enquadros nos grupos BI, BI**l**b, BI**l**a e BI**l** dependendo da temperatura de queima e que nas condições de queima rápida das indústrias os produtos apresentam características referentes ao grupo BI**l**.

XAVIER *et al.* (2003) propuseram a utilização de resíduo de granito em massas cerâmicas da região de Campos dos Goytacazes-RJ conformados por prensagem. As temperaturas utilizadas foram: 750°C a 950°C. Os resultados indicaram que confeccionar peças cerâmicas por prensagem para fabricação de telhas cerâmicas com 5% de resíduo de granito a 950°C, melhora as propriedades tecnológicas de absorção de água (18%) e resistência à flexão (11,9 MPa).

MELLO *et al.* (2004) estudaram a incorporação de 8% até 40% de resíduo de granito e mármore proveniente de marmorarias (beneficiamento secundário). As

temperaturas utilizadas foram de 850°C até 1150°C. Os resultados indicaram que com até 34% de resíduo de granito e mármore pode-se fabricar tubos cerâmicos a 1150°C já que a absorção de água é de somente 1,40%.

SOUZA *et al.* (2004), avaliaram a obtenção de revestimento cerâmico prensado do tipo semiporoso por meio da mistura de argila plástica caulinítica e granito, com misturas de 10%, 20%, 30% e 40% em peso de granito na mistura, queimados a temperaturas variando entre 1000°C e 1200°C, e compararam com massa cerâmica industrial provenientes da região de Santa Gertrudes. Observaram que o aumento do percentual de granito incorporado à argila, reduz o teor de Al_2O_3 e a perda ao fogo, bem como causa um aumento do teor dos fundentes alcalinos, K_2O e Na_2O . Ocorre também um incremento no teor dos óxidos alcalinoterrosos, CaO e MgO . Entretanto, a composição com o maior teor de granito incorporado à argila 40% (A40G) apresenta diferenças significativas quando comparada com a massa industrial (MI). A mistura A40G apresenta teores de óxidos alcalinoterrosos ($CaO + MgO$) pouco superiores à MI. Este resultado é devido ao elevado teor de CaO do granito proveniente dos feldspatos plagioclásios. O teor de óxidos alcalinos é inferior ao da massa MI. Já a perda ao fogo (PF) da mistura A40G com 7,45% é bem superior ao da massa MI com 4,5%. Isto acarreta maior eliminação de gases e vapor d'água, exigindo uma queima mais cuidadosa. Além disso, a maior perda de massa durante a queima contribui para o incremento da retração. A Tabela 3 apresenta as composições químicas das misturas, com 10% (A10G) a 40% (A40G%).

Tabela 3: Composição química das misturas elaboradas com argila caulinítica e granito (% em peso) (SOUZA, 2004)

Componentes	Misturas			
	A10G	A20G	A30G	A40G
SiO_2	46,01	47,96	49,90	51,85
Al_2O_3	28,85	27,74	26,62	25,51
Fe_2O_3	8,68	8,21	7,74	7,27
TiO_2	1,28	1,21	1,13	1,05
CaO	0,55	0,87	1,20	1,52
MgO	1,06	1,08	1,10	1,12
Na_2O	0,74	1,00	1,27	1,54
K_2O	1,67	1,91	2,14	2,38
PF	10,89	9,74	8,60	7,45

A Figura 10, apresenta os diagramas de gresificação das misturas elaboradas com argila caulínica e granito. Pode-se observar que o incremento da adição de granito à argila caulínica não possibilitou uma redução da temperatura necessária para alcançar o valor de absorção de água de 10%. Estas temperaturas variaram de 1163 °C para a mistura **A20G** a 1141 °C para a mistura **A40G**.

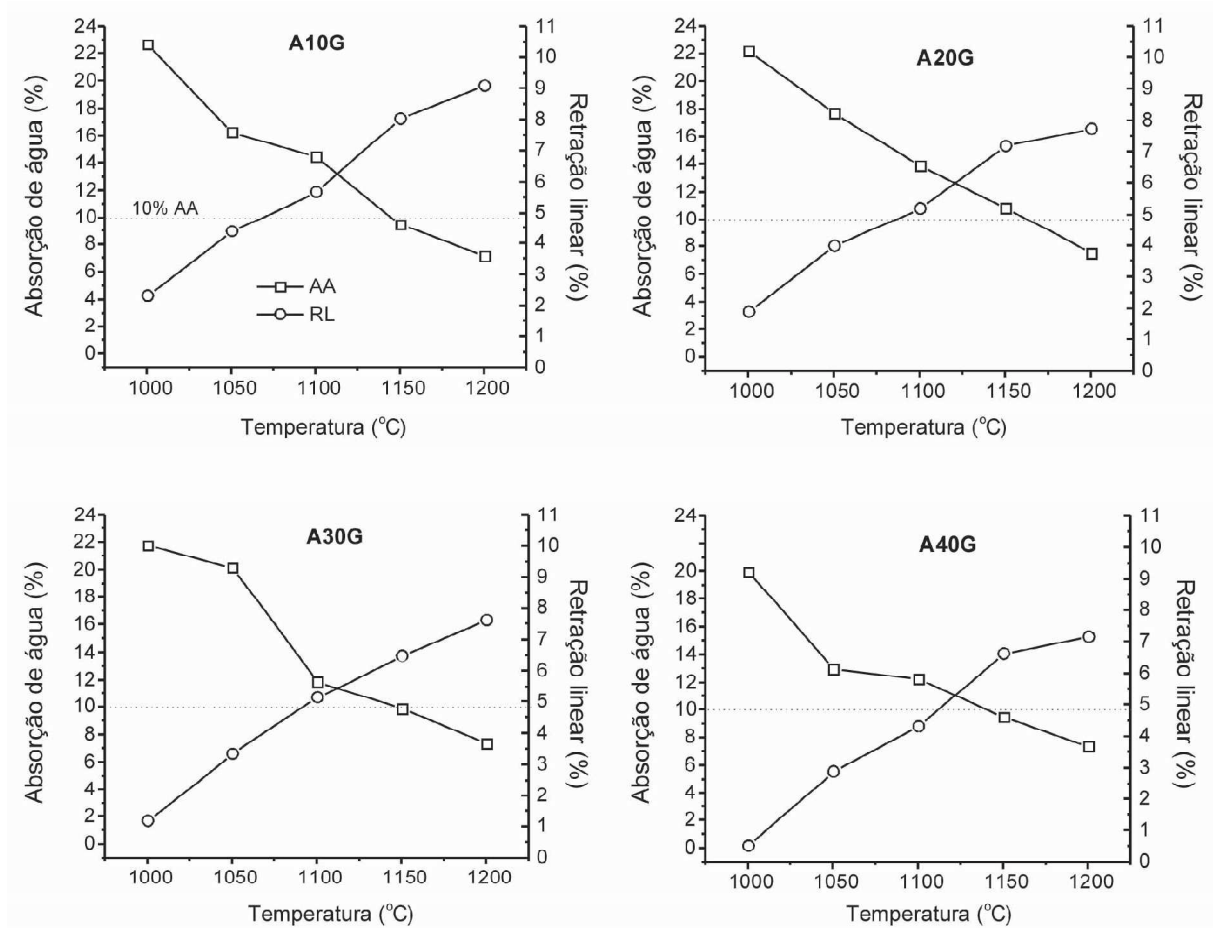


Figura 10: Diagrama de gresificação da argila caulínica A e da massa (SOUZA, et al., 2004)

Com relação à retração linear, SOUZA *et al.* (2004) observaram que a incorporação de granito à argila caulínica possibilitou uma significativa redução em comparação com os valores obtidos para a argila caulínica. Este comportamento é devido à redução da perda de massa durante a queima e do aumento no teor de quartzo.

PONTES & VIDAL (2005), estudaram a viabilidade técnica da remoção do Fe contido nos resíduos de serrarias de mármore e granitos correspondentes ao pó de teares, possibilitando a utilização na indústria cerâmica, na fabricação de telhas, tijolos e lajotas. Foram ensaiadas misturas de resíduo de granito nas proporções

respectivas de resíduo na argila: 0%, 10%, 20% e 30%, queimadas a 900°C e 1100°C. Observou-se que para 900°C aumentou-se a absorção com o aumento na proporção do resíduo, porém diminuiu a retração, já para 1100°C sua absorção diminuiu consideravelmente com inclusão de 30% de resíduo chegando a 0,19%.

MELLO *et al.* (2005) analisaram a viabilidade de aplicação de lama de granito proveniente do processo de acabamento introduzidos em massas cerâmicas de São Paulo. Os resultados obtidos foram satisfatórios. Mesmo quando são adicionadas lamas, as propriedades das cerâmicas vão sendo prejudicadas (redução de resistência), porém, nenhuma das incorporações (0% a 40%) apresentou-se fora dos limites pré-estabelecidos por normas de produtos tais como: telhas ($\geq 6,5$ MPa), blocos ($\geq 5,5$ MPa) e revestimentos (10 – 30MPa).

MOREIRA *et al.* (2005), introduziram várias misturas de resíduo de granito, com até 20% em peso proveniente da região de Santo Antônio de Pádua-Rj, com massa argilosa da região de Campos dos Goytacazes-RJ, queimados entre 850°C e 1150°C. Os autores verificaram que os resultados não promoveram variações significativas nos resultados finais. Concluíram também que o resíduo é rico em agentes fundentes (K_2O e Na_2O), e esses óxidos alcalinos são provenientes principalmente dos feldspatos e mica presentes no resíduo.

FLOSS *et al.* (2006), misturaram material argiloso do Rio Grande do Sul, com resíduos de rochas basálticas em várias proporções a fim de estabelecer uma melhor adequação, posteriormente foram queimados a temperaturas de 800°C, 900°C e 1050°C. Concluíram que a adição de 50% de resíduo permite fabricar blocos maciços onde os valores de resistência e absorção encontrada foram respectivamente 3,2 MPa e 21,19% e com adição de 25% para blocos vazados com valores de 6,45 MPa e 20,72%, para uma temperatura de 900°C.

XAVIER (2006) avaliou o uso do resíduo em proporções de 5% e 10% em massa na cerâmica, e verificou a durabilidade das peças. O autor indica a possibilidade do uso do rejeito de granito na massa de conformação de cerâmica vermelha com a garantia da durabilidade ao longo da vida útil do material. A adição de rejeito na massa cerâmica em 5% reduziu a absorção de água e aumentou a resistência do produto cerâmico, estabilizando a peça cerâmica quanto à retração na queima e a expansão na presença de umidade.

3.4 – PROCESSAMENTO DE CERÂMICA ARGILOSA PRENSADA

A prensagem é a operação de conformação baseada na compactação de um pó granulado ou massa contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A operação compreende três etapas ou fases: (1) preenchimento da cavidade do molde, (2) compactação da massa e (3) extração da peça.

O processo de conformação transforma um sistema não-consolidado num corpo definido, consolidado e apresentando uma particular geometria e microestrutura. A seleção do processo de conformação para um produto específico é dependente do tamanho, da forma e tolerâncias dimensionais permitidas no projeto, os requisitos das características da microestrutura, reprodutibilidade, produtividade e investimento. Por razões de produtividade e eficiência em produzir peças com tamanho e formas bastante variados, a conformação por prensagem é o processo de conformação mais utilizado (REED, 1998).

A prensagem é utilizada na indústria cerâmica devido à sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de tamanhos e formas variadas, sem contração de secagem e com baixa tolerância dimensional.

A compactação de pós secos ou semi-secos, isto é a massa, por prensagem uniaxial em matriz rígida, constitui-se num dos métodos de conformação de pós mais utilizados na indústria cerâmica (AMORÓS *et al.*, 1982; REED, 1992).

A compactação é uma etapa intermediária do processamento de materiais cerâmicos. O conhecimento da relação entre a massa específica verde e a pressão de compactação é de alto interesse tecnológico. A pressão aplicada à massa de pó influencia a porosidade e a resistência mecânica do compacto verde. Assim, o entendimento dos mecanismos de consolidação de pós durante a compactação, contribui fortemente para o controle das propriedades dos compactos, resultando na obtenção de produtos acabados cada vez melhores. Um método rápido e eficiente de inferir sobre os mecanismos de compactação de pós é o diagrama de resposta de compactação. Este diagrama é expresso pela densidade relativa versus logaritmo da pressão (LUKASIEWICZ *et al.*, 1978; MESSING *et al.*, 1982; MATSUMOTO, 1991).

Distinguem-se duas grandes modalidades de prensagem: a prensagem uniaxial e a prensagem isostática. Na primeira, a compactação do pó se realiza em

uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidos. Esta compactação é utilizada para conformar peças que não apresentam relevo superficial na direção de prensagem. Se a espessura da peça que se deseja obter é pequena e sua geometria é simples, a carga pode ser aplicada em apenas um sentido ou ação simples como ilustrada na Figura 11. Por outro lado, para conseguir peças de grande espessura e geometria complexa, com uniformidade de compactação, é indispensável que a prensagem seja feita nos dois sentidos ou seja, dupla ação. Outra alternativa é que se empregue um molde complexo com múltiplos punções.

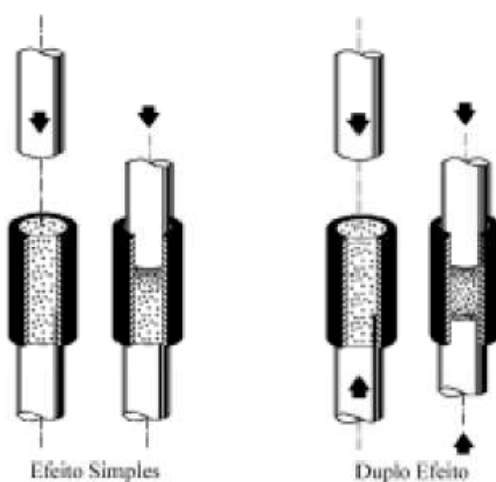


Figura 11: Prensagem Uniaxial (ALBERO, 2000)

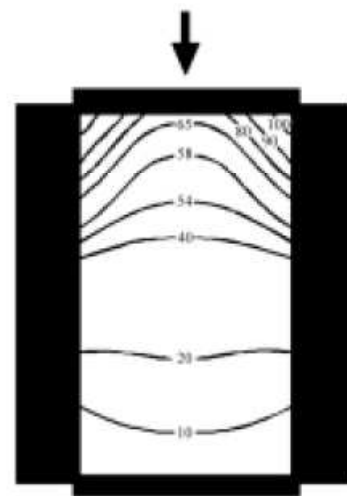


Figura 12: Variação da prensagem aplicada nas regiões do molde (ALBERO, 2000)

A fricção entre as partículas do pó e também a fricção entre elas e a superfície do molde impedem que a pressão aplicada a uma ou mais das superfícies da peça, seja integralmente transmitida e de forma uniforme a todas as regiões da peça. Isto provoca a existência de gradientes de densidade nos corpos conformados como exemplificados na Figura 12, (ALBERO, 2000).

Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado (Figura 13). Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. Ele é empregado na fabricação de peças de formas complexas, que apresentem relevos em duas ou mais direções, ou em peças onde uma das dimensões é muito maior que as demais, como no caso de tubos e barras.

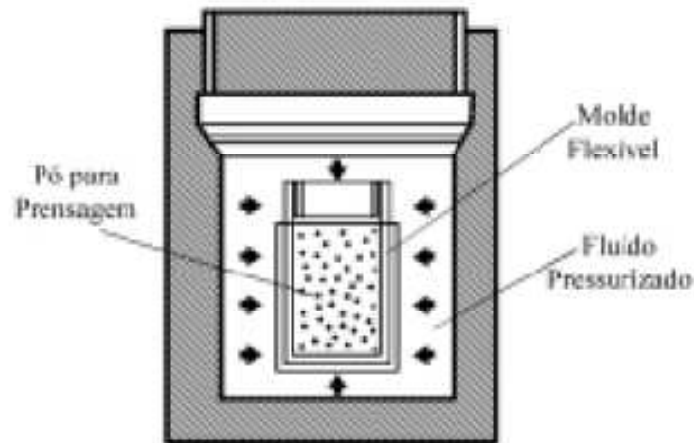


Figura 13: Prensagem isostática

Os aditivos a serem utilizados, bem como a proporção com que são adicionados à massa deverão ser definidos tendo em vista o efeito que possam exercer sobre o comportamento mecânico tanto dos grânulos como da peça conformada. Portanto a escolha dos aditivos e a proporção a ser utilizada é um procedimento complexo, uma vez que uma determinada mistura pode ser bastante adequada a uma determinada fase da operação de prensagem, e ao mesmo tempo apresentar sérios inconvenientes para a execução de outras etapas, ou mesmo para a característica mecânica da peça conformada (ORTEGA, 1997).

A operação de moagem e mistura são extensivamente usadas nas matérias primas de materiais cerâmicos. Estas operações são, obviamente, bastante distintas e usadas para diferentes fins. A mistura de sólidos tem como objetivo obter o máximo de homogeneização de dois ou mais componentes, enquanto que a operação de moagem visa à redução de tamanho das partículas de um pó. Por várias razões, entretanto, executar estas duas operações simultaneamente é freqüentemente conveniente (HOGG, 1981).

A densidade relativa da massa depende do volume de poros intergranulares, ou seja espaços vazios entre os grânulos e do volume de poros intragranulares isto é poros existentes no interior dos grânulos. Ainda que em princípio uma forma de reduzir estes poros ou espaços intergranulares durante o preenchimento seja utilizar distribuições granulométricas largas, este procedimento não deve ser empregado, já que pode ocasionar problemas de uniformidade devido à segregação dos grânulos por faixas de tamanho.

3.4.1 – Compactação

A Figura 14 mostra a mudança da forma dos grânulos e do tamanho dos poros com o aumento da pressão durante a compactação (REED, 1998). Os poros entre grânulos constituem a porosidade intergranular e os poros dentro dos grânulos constituem a porosidade intragranular.

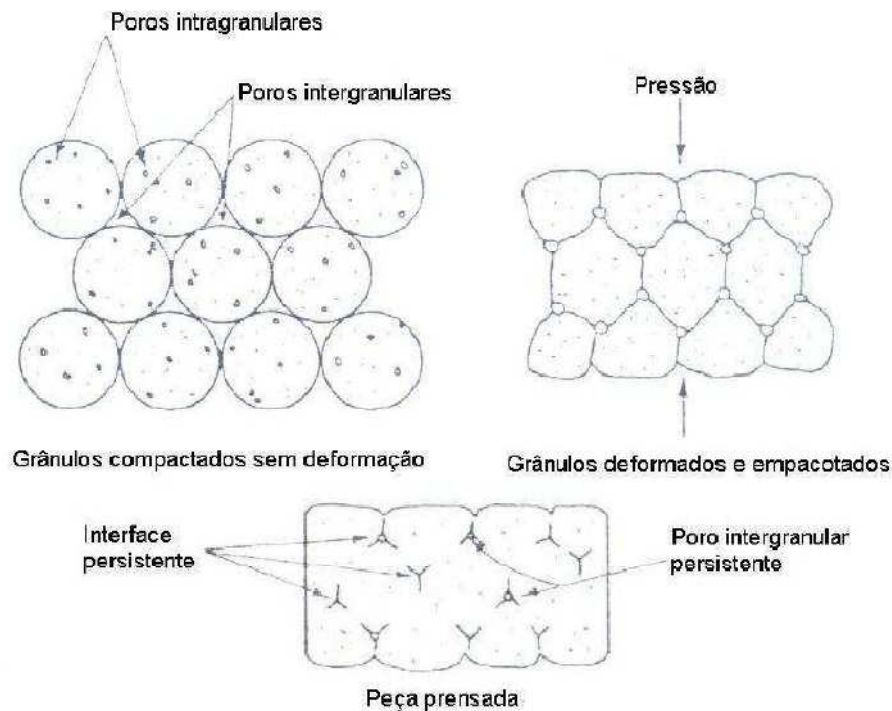


Figura 14: Mudança da forma dos grânulos e do tamanho dos poros durante a compactação (REED, 1998)

Na compactação de um material granular a diminuição de volume dos poros e de seus tamanhos se dá através de três mecanismos (REED, 1998; CORRÊA *et al.*, 1999; ALBERO, 2000):

- Mecanismo I: Redução do volume ocupado pelos poros intergranulares e de seu volume através do deslocamento e reordenação dos grânulos.
- Mecanismo II: Redução do volume e tamanho dos espaços intergranulares por deformação plástica e/ou destruição dos grânulos, dependendo das características mecânicas do grânulo (dureza, deformabilidade, resistência mecânica). Neste mecanismo se inclui o esmagamento de grânulos ociosos, geralmente presentes nas massas cerâmicas.

- Mecanismo III: Diminuição de volume e tamanho dos poros intragranulares pelo deslizamento e reordenação das partículas buscando alcançar um empacotamento mais denso. Interstícios entre ou dentro dos grãos maiores, assim como interstícios nos grãos mais resistentes à deformação, não são completamente eliminados.

Três estágios de compactação podem ser identificados quando a curva de dependência da densidade da peça com o logaritmo da pressão de compactação é analisada (REED,1998; CORRÊA *et al.*,1999; ALBERO,2000). A curva pode ser dividida idealmente em três mecanismos ou regiões, nos quais um mecanismo particular de densificação é preponderante conforme indicado na Figura 15.

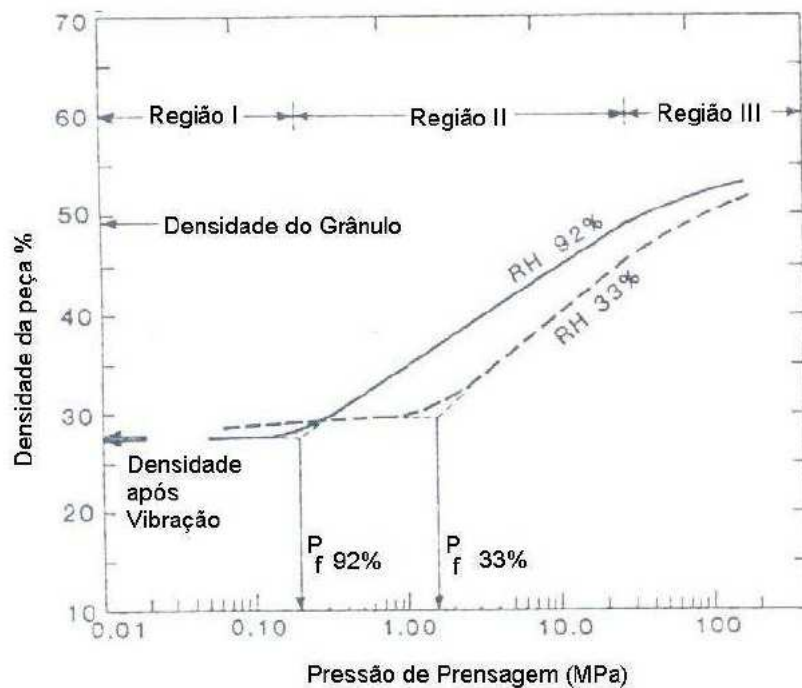


Figura 15: Diagrama de compactação de dois pós com umidade relativa diferente: 92% e 33%, evidenciando os estágios da densificação (REDD, 1998)

O estágio inicial se estende desde o início da compactação do material, que corresponde à densidade de preenchimento do material até o valor em que os grânulos atingem o grau máximo de empacotamento sem que ocorra sua deformação ou destruição o que coincide na prática com a chamada pressão aparente de fluência do grânulo (P_f). A pressão aparente de fluência do grânulo é normalmente menor que 1MPa e se refere ao valor de pressão em que se inicia a

deformação e/ou destruição dos grânulos. A porosidade intergranular é reduzida e a porosidade intragranular é pouco afetada.

O estágio intermediário compreende o intervalo de pressões que se estende desde a pressão de fluência (P_f) até o valor de pressão na qual a densidade do corpo coincide com a do grânulo. A maior parte da densificação que ocorre no corpo durante a etapa de prensagem se dá neste estágio, através da deformação e/ou destruição dos aglomerados (mecanismo II). Paralelamente, ocorre a redução do volume e tamanho dos poros intergranulares. Durante todo o processo a distribuição de tamanho de poros é bimodal e praticamente toda a redução da porosidade é devida à eliminação da porosidade intergranular. A porosidade intragranular permanece praticamente inalterada. A densificação no 2º estágio pode ser aproximada por:

$$D_e = D_p + m \cdot \ln(P/P_f) \quad (3.1)$$

onde, D_e é a densidade da amostra, D_p é a densidade após enchimento da matriz, P é a pressão aplicada, m é uma constante de compactação que depende da deformabilidade e empacotamento dos grânulos (REED, 1998).

A eliminação quase total da porosidade intergranular marca o fim dessa etapa. Como a porosidade intragranular foi pouco afetada, o valor da porosidade aparente da peça corresponde ao valor da densidade aparente inicial dos grânulos. O fato da densidade da peça ultrapassar ou não a densidade dos grânulos constitui uma indicação do nível de redução da porosidade intergranular (REED, 1998; CORRÊA *et al.*, 1999; ALBERO, 2001).

O estágio final se inicia quando o grau de compactação do corpo se iguala ao do grânulo. Teoricamente, neste ponto desaparece toda a porosidade intergranular, e a distribuição de tamanho dos poros é monomodal. Como consequência, neste estágio o aumento da compactação do corpo só pode decorrer da eliminação da porosidade intragranular, através do deslizamento e reordenação das partículas (mecanismo III).

Relativamente, ocorre pouca densificação neste estágio, especialmente em pressões acima de 30/40MPa ou quando as partículas que se compactam são duras e frágeis, como ocorre na maioria dos materiais cerâmicos. De uma maneira geral, a maior parte da carga aplicada neste estágio provoca uma compressão elástica do

material, que se armazena sob forma de energia elástica, vindo a ser liberada com a retirada da carga ("spring-back").

As curvas de compactação além de possibilitarem a escolha da pressão mais adequada para o material utilizado, permitem um estudo mais aprofundado sobre a influência das características dos grãos na etapa compactação (REED, 1998).

A distribuição granulométrica deve apresentar um percentual de grânulos finos que possa preencher as cavidades entre os grânulos grossos. Tal fato possibilita um melhor rearranjo entre os grânulos, conforme mostrado na Figura 16, diminuindo assim a porosidade (VAN VLACK, 1973).

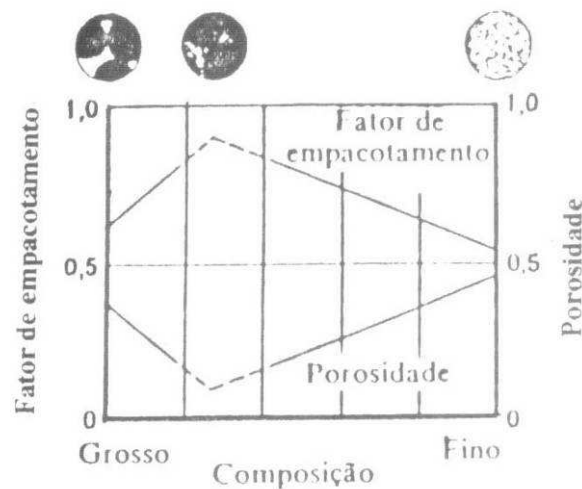


Figura 16: Misturas de pós com tamanhos diferentes (VAN VLACK, 1973)

A umidade influencia na densificação do corpo verde, através de sua ação lubrificante, que facilita o deslizamento entre as partículas e possibilita um melhor empacotamento entre elas. Porém, o excesso de umidade além de sujar mais o estampo, levará a uma diminuição da densidade. O retângulo da Figura 17, representa as faixas de pressões e umidades normalmente utilizadas na indústria no processamento de placas cerâmicas (TONTINI, 1993).

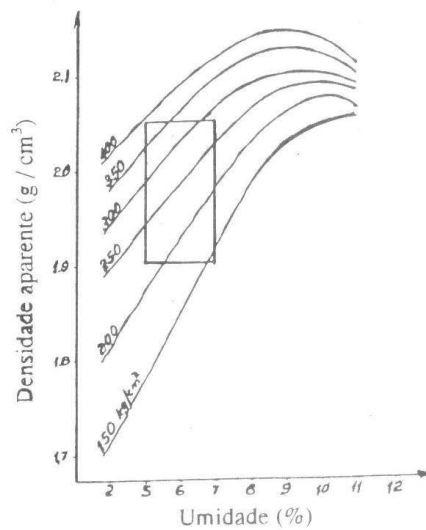


Figura 17: Influência da umidade sobre a massa específica aparente seco nas diferentes pressões (TONTINI et al., 1993)

Após compactado, o corpo verde deve ser seco até que a umidade não ultrapasse 0,5%. A água de umidade pode gerar vapor de água e um gradiente de temperatura no corpo cerâmico o que causa trincas devido ao aparecimento de diferentes contrações ao longo da peça. A etapa de secagem deve ser bem controlada já que uma secagem muito rápida poderá trincar o material. Sabe-se que no início da secagem até determinado teor de umidade, a água perdida origina-se das camadas entre as partículas, resultando em retração. Em tal estágio é onde se observa a maior velocidade de secagem. A partir daí, a velocidade diminui e praticamente não ocorre mais retração, pois as partículas já estão unidas e a água de secagem será proveniente dos poros. Tal comportamento pode ser visualizado nas figuras 18 e 19 (NORTON, 1973).

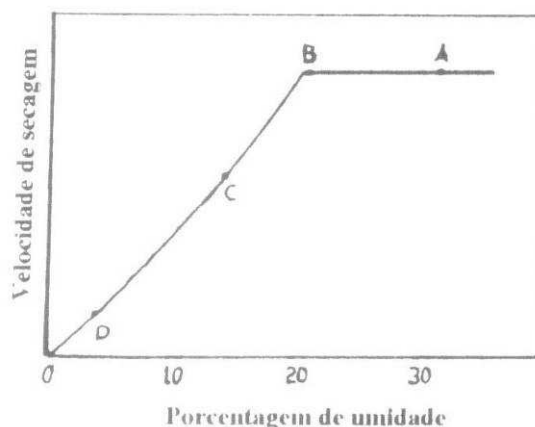


Figura 18: Velocidade de perda de água na secagem da argila úmida (NORTON., 1973)

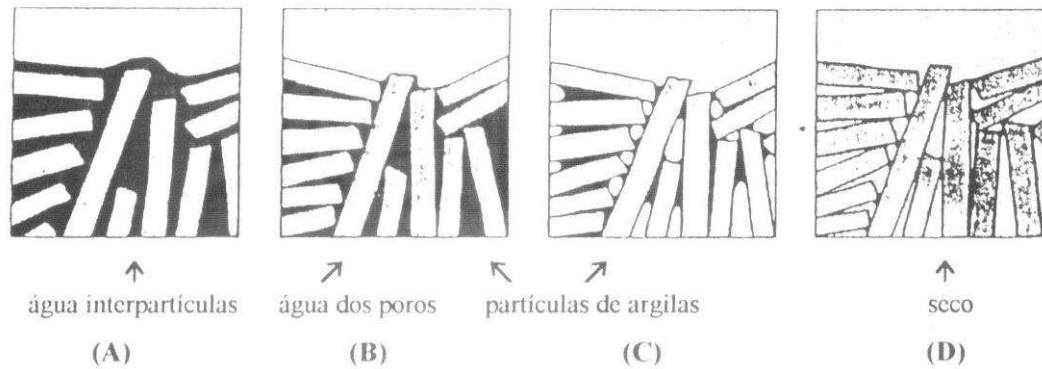


Figura 19: Fases na secagem da argila úmida em uma seção transversal à superfície. As letras correspondem a seqüência da Figura 18 (NORTON., 1973)

O emprego de uma pressão adequada resulta invariavelmente em um melhor contato entre as partículas, propiciando que todas as reações sejam aceleradas durante o processo de queima, inclusive a vitrificação (SANDROLINI, *et al.*, 1979).

3.4.2 – Pressão uniaxial

Na prensagem uniaxial, a fricção entre as partículas e entre estas e as paredes do molde, provoca uma distribuição heterogênea da pressão de compactação no volume do material e gradientes de densificação são formados conforme mostra a Figura 20.

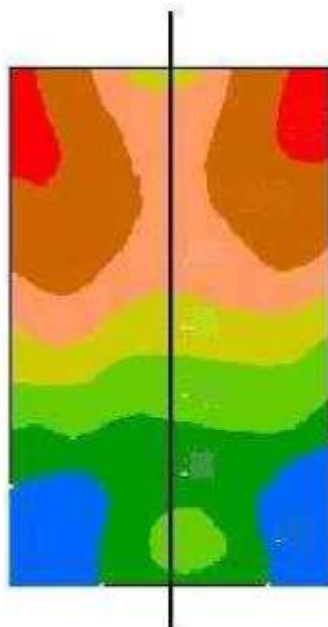


Figura 20: Gradientes de densidade através de seção longitudinal de um compacto cilíndrico após prensagem à 69 MPa onde as cores representam a densidade da peça em relação à densidade teórica: mínima, azul a 50% e máxima, vermelho a 56% da densidade teórica da massa. Diagrama obtido por análise de ultrassom (SANDIA NATIONAL LABORATORIES)

FREIRE *et al.* (2004), estudaram o comportamento de compactação de massas cerâmicas contendo resíduo proveniente da indústria de pedras de Santo Antônio de Pádua-RJ. Neste estudo as massas foram submetidas a processo de compactação a frio com pressões de até 60 MPa, e avaliadas a partir dos diagramas de resposta de compactação e taxa de compactação. Para cada massa cerâmica foi determinada uma expressão matemática que descreve com precisão a relação entre a densidade e a pressão de compactação. Os resultados revelaram que a compactação das massas é governada, até a pressão aplicada de 60 MPa, por dois mecanismos de compactação dominantes incluindo o rearranjo de partículas e a deformação plástica. A taxa de densificação é inicialmente alta, e depois diminui rapidamente para pressões acima de 2,45-3,22 MPa. Além do mais, foi determinado que com o aumento do conteúdo de resíduo incorporado as massas apresentaram melhor eficiência de compactação para as condições estudadas. A Figura 21 apresenta as curvas de compactabilidade para todas as massas estudadas para diversas incorporações de resíduos.

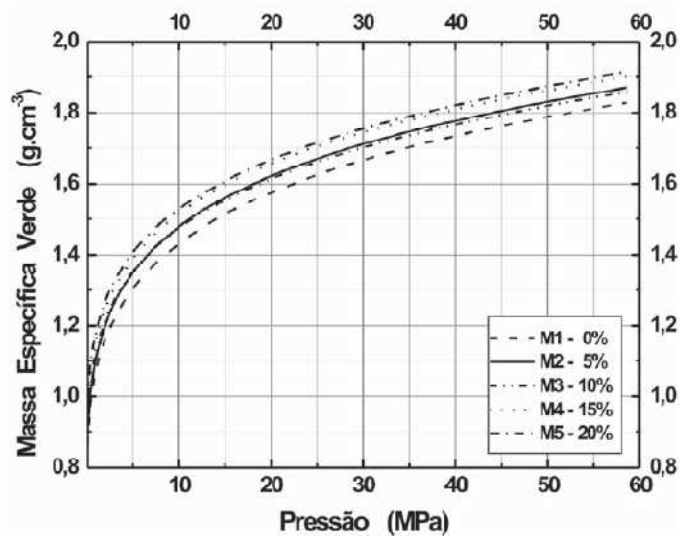


Figura 21: Massa específica verde em função da pressão de compactação (FREIRE et al., 2004)

3.5 – BLOCOS PRENSADOS

3.5.1 – Solo-cimento

Solo-cimento é definido como a mistura de solo pulverizado, cimento Portland e água que, sob compactação e com um teor de umidade ótima, forma um material estruturalmente resistente, estável, durável e de baixo custo (FREIRE, 1976).

As primeiras tentativas para uso do solo-cimento como um material de construção civil, durável e econômico, ocorreram em Sarasota, na Flórida (EUA), em 1915, por um construtor que fez a pavimentação de uma rua com uma mistura de areia de praia, conchas e cimento, mas, pela falta de tecnologia na época, essas e outras experiências se tornaram inválidas, descreve PITTA (1995).

Ralph Proctor, em 1929, mostrou o efeito da compactação na melhoria das características mecânicas e hidráulicas dos solos influenciadas pela relação entre a massa específica aparente, a umidade e a energia de compactação.

O início da utilização do solo-cimento, no Brasil, ocorreu em 1940, pelas Associação Brasileira de Cimento Portland (ABCP) e pela Diretoria da Aeronáutica Civil, na construção da pista de circulação do aeroporto de Santos Dumont no Rio de Janeiro. Em seguida, fez-se, em março de 1941, um trecho da estrada de Osasco e, logo após, a estrada federal Caxambu-MG/Areias-SP.

Com início dos anos 1960, o solo-cimento passou a ser estudado e aplicado no mundo todo. No Brasil, segundo MERCADO (1990) a partir da década de 1970 o solo-cimento tornou-se objetivo de intensas pesquisas principalmente da ABCP, do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento do Estado da Bahia (CEPED) e no Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT).

A adição de cimento no solo permite obter um material com as seguintes vantagens:

- Absorção e a perda de umidade do material que não causam variações volumétricas consideráveis;
- O material não se deteriora quando submerso em água;
- Há aumento da resistência à compressão;
- Em consequência de uma menor permeabilidade, o material torna-se mais durável;

BLÜCHER (1951) destaca que os principais fatores que afetam a qualidade do solo-cimento são: o tipo de solo, o teor de cimento, o método de mistura e a compactação. O autor ainda ressalta que, desses fatores, o solo exerce maior influência e, se este for inadequado, pouco se poderá fazer para obter um produto satisfatório.

MERCADO (1990) observa que o solo, além de ser o elemento de carga, pode determinar, de acordo com a sua composição, se a estabilização com cimento

é economicamente viável, ou ainda indicar facilidades no manuseio e procedimentos de mistura, tais como: peneiramento, homogeneização, moldagem e desmoldagem, para fins de construções de alvenarias.

A HIGHWAY RESEARCH BOARD OF AMÉRICA (HRB) (1961) estabelece limites de distribuição granulométricas para os solos que podem ser estabilizados economicamente com cimento. Destaca-se que a percentagem máxima de fração fina do solo deve ser de 50%.

BLÜCHER (1951) relata também, que o teor de matéria orgânica presente no solo deve ser bem baixo e considera que o limite máximo seguro é de 2%, apesar de existirem casos bem sucedidos de estabilização com solos contendo 5% de matéria orgânica e experiências insatisfatórias contendo 0,5%. Tais observações levaram CATTON apud ROCHA (1996) a afirmar que não existia correlação entre o teor de cimento e a matéria orgânica.

LIMA (2006) fez estudo com diferentes solos da cidade de Campos dos Goytacazes – RJ e propôs a análise de viabilidade de materiais para o uso em blocos de solo -cimento em regiões carentes, com adições de 5% e 10% de cimento, em relação ao volume total. O autor constatou diferentes desempenhos de absorção e de resistência mecânica dos blocos.

PEDROTI (2007) destacou a grande vantagem dos blocos prensados que é o formato de encaixe do tipo macho e fêmea, o que acelera o processo de montagem (Figura 22-1) e diminui o desperdício, pois as tubulações podem ser embutidas (Figura 22-b), passando entre os furos, evitando os rasgos nas paredes.



a) Processo de encaixe

b) Instalações hidráulicas e elétricas embutidas

Figura 22: Passagem de tubulações hidráulicas e elétricas (PEDROTI, 2007)

O autor indicou que os processos de moldagem dos blocos podem ser feitos por prensas hidráulicas, ou mecânicas ou prensas manuais. A produtividade e a

qualidade de prensagem são fatores importantes que diferenciam tais equipamentos. A prensagem usando um equipamento manual, dependendo da demanda, pode comprometer todo o processo e cronograma de obra. Uma alternativa é o uso pelo equipamento automatizado, o qual possui características que garantem uma melhor uniformidade da peça, já que a força de prensagem é mecânica ou hidráulica.

A seguir é apresentado o fluxograma de fabricação do tijolo em solo cimento (Figura 23) de produção básico, desde sua mistura até prensagem. Após a etapa de prensagem os blocos são levados para uma câmara úmida, onde deverão permanecer a fim da hidratação do cimento.

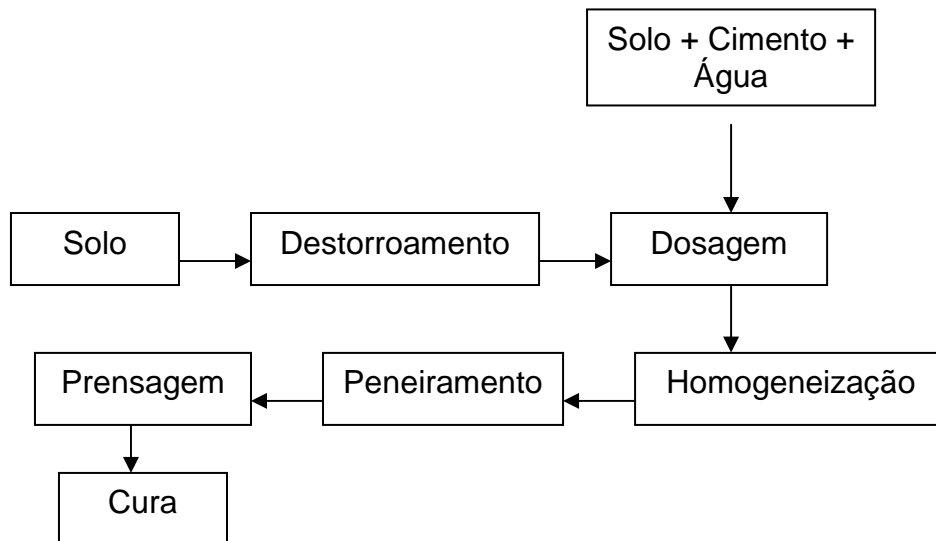


Figura 23: Fluxograma de produção do bloco em solo-cimento (PEDROTI, 2007)

A cura dos blocos é essencial para atender às normas de bloco em solo-cimento. A NBR 10.834, apresenta na Tabela 4 abaixo resumida, valores limites para a resistência mecânica e a absorção de água aos 28 dias, dos lotes.

Tabela 4: Valores-limite segundo a NBR 10834

Valores-limite (aos 28 dias)	Média	Individual
Resistência à compressão (MPa)	$\geq 2,0$	$\geq 1,7$
Absorção de água (%)	≤ 20	≤ 22

3.5.2 – Blocos Prensados e Queimados

PEDROTI (2007) avaliou a possibilidade do uso de blocos prensados e queimados na construção civil, seguindo critérios da NBR 15270.

Segundo essa norma, vigente desde 2005, os blocos cerâmicos, para alvenaria estrutural ou vedação, devem suprir algumas exigências apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5: Exigências segundo a NBR 15.270

Características	Vedação	Estrutural
Tolerâncias dimensionais médias	± 3mm	± 3mm
Espessura dos septos (internos/externos), mínimos	6mm/7mm	7mm/8mm
Desvio em relação ao esquadro	3mm	3mm
Planeza das faces	3mm	3mm
Resistência à compressão *	≥ 1,5 MPa (furo horizontal)	≥ 3,0 MPa (furo vertical)
Índice de absorção d'água	8% a 22%	8% a 22%

* a resistência à compressão da amostra dos blocos ($f_{bk,est}$) é o valor estipulado pela equação

$$f_{bk,est} = 2 \left[\frac{f_{b(1)} + f_{b(2)} + \dots + f_{b(i-1)}}{i-1} \right] - f_{bi}$$

Para fazer uso de uma nova técnica de moldagem de blocos cerâmicos o autor fez a associação do processo utilizado na confecção dos blocos em solo-cimento, com ajustes para atender uma melhor qualidade nos blocos prensados sem cimento.

A Figura 24 demonstra as etapas utilizadas na fabricação dos blocos proposta por PEDROTI (2007).

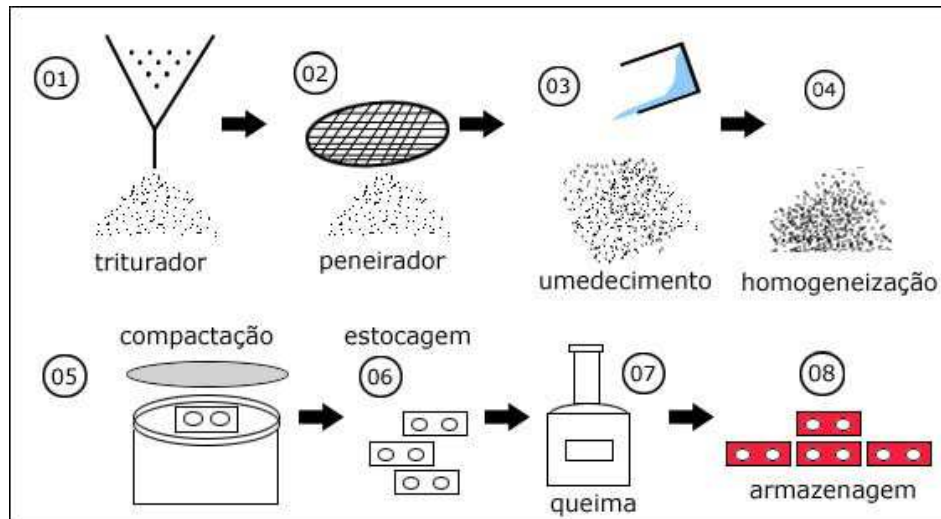


Figura 24: Processo de produção do bloco prensado e queimado (PEDROTI, 2007)

Nestas etapas, depois de triturado e peneirado faz-se o umedecimento do solo com ajuda de um aspersor, a fim de evitar a formação de grumos. Para homogeneização é utilizado uma betoneira normal de obra, ou um misturador. Após a determinação da umidade desejada de mistura, o material é novamente peneirado para retirada dos grumos existentes e compactado na prensa, que pode ser a manual ou mecânica. Faz-se a estocagem deste material para posterior queima.

Os blocos foram analisados principalmente quanto a absorção d'água, resistência mecânica e durabilidade comparando-os tanto como blocos cerâmicos quanto blocos solo-cimento. Os resultados são observados na Figura 25, onde se avaliou a absorção d'água, e na Figura 26 a resistência mecânica

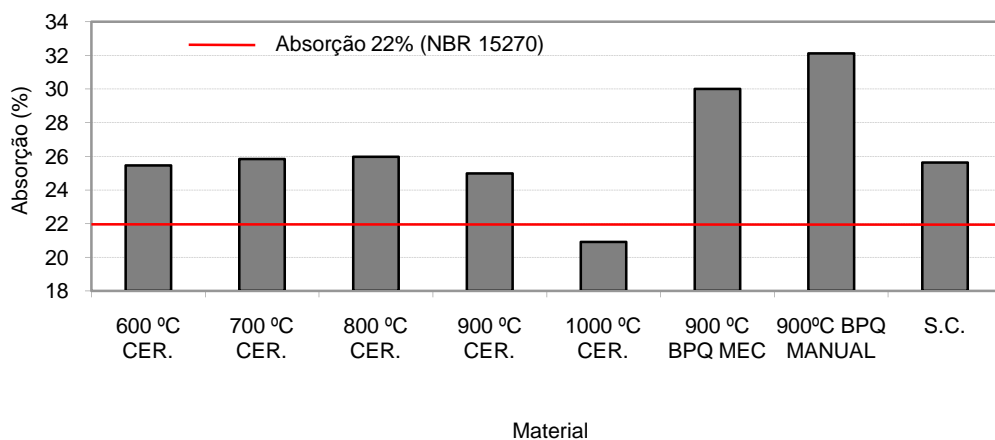


Figura 25: Absorção média dos blocos (CER-Cerâmico; BPQ MEC – bloco prensado mecanicamente e queimado; BPQ MANUAL – bloco prensado manualmente e queimado; S.C. – solo cimento) (PEDROTI, 2007)

Notou-se que o bloco prensado e queimado (BPQ) a 900°C apresentou maior absorção que os blocos cerâmicos (CER), queimados entre 600°C e 1000°C, e também os blocos de solo-cimento (SC).

Somente o bloco queimado a 1000°C apresentou valores aceitáveis perante a norma, porém está temperatura não é atingida na maioria das cerâmicas da região. Deve-se ressaltar que o fator absorção deve ser analisado com critérios mais específicos, antes de condená-los.

A Figura 26 apresenta resultados comparativos das resistências mecânicas entre os blocos estudados por PEDROTI (2007).

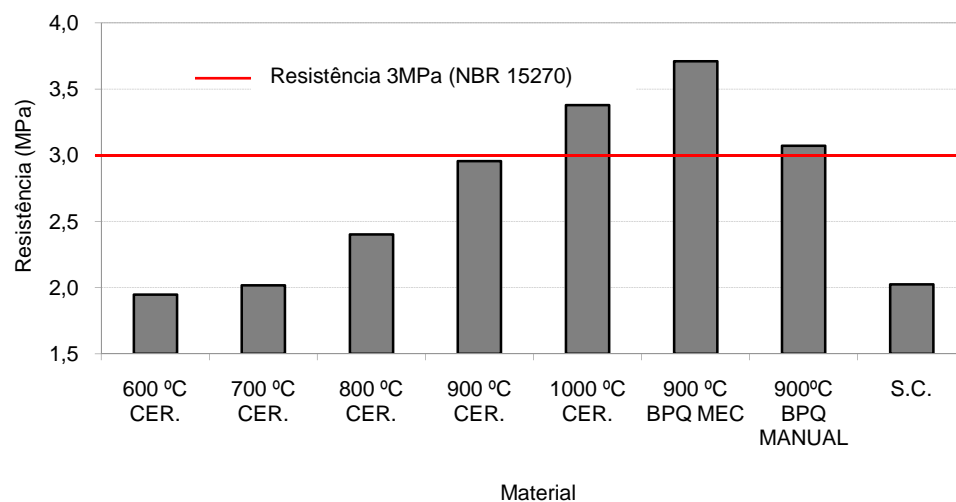


Figura 26: Resistência média à compressão dos blocos (CER-Cerâmico; BPQ MEC – bloco prensado mecanicamente e queimado; BPQ MANUAL – bloco prensado manualmente e queimado; S.C. – solo cimento) (PEDROTI, 2007)

O aumento da temperatura provocou a densificação da massa no caso dos blocos cerâmicos extrudados, o que levou a uma elevação no valor da resistência. Observa-se também que o valor apresentado pelo bloco prensado e queimado (BPQ) superou os outros blocos da análise.

Ficou evidente que a compactação ajuda na melhoria da resistência mecânica, porém sua absorção e porosidade ainda são muito elevadas.

Devido a essa possibilidade do uso de uma técnica construtiva onde existe vantagem econômica, porém algumas características como absorção e porosidade a condenam é que está sendo proposta a introdução do resíduo de granito, a fim de minimizar essas características, já que o resíduo é um material fundente, e possibilitará melhorias as peças.

3.6 – AVALIAÇÃO DOS CUSTOS

Com o significativo aumento da competitividade que vem ocorrendo na maioria dos mercados, sejam industriais, comerciais ou de serviços, os custos tornaram-se altamente relevantes quanto à tomada de decisão em uma empresa. Não se pode mais definir de acordo com os custos incorridos, e sim com uma base dos preços praticados no mercado em que atuam. MARTINS (2001), afirma que custo é um gasto reconhecido no momento da utilização em fator e de produção para fabricação de um produto em execução de um serviço a exemplo da matéria-prima que foi um gasto na sua aquisição que imediatamente tornou-se um investimento e assim ficou durante o tempo de sua estocagem, (neste momento surge o custo de sua matéria-prima como parte integrante do bem elaborado até a sua venda).

Alguns tipos de custos bastante empregados são definidos como: custo fixo direto que são aqueles custos (ou despesas) que podem ser facilmente identificados com o objeto de custeio, ou seja, são custos diretamente identificados a seus portadores.

Custos que não variam com alterações no nível de atividade, a exemplo de aluguel de fábrica, seguros e taxas, são custos identificados prontamente como produto. Quando são constantes dentro de uma indústria ou empresa, em produção são independentes do volume de produção, ou seja, qualquer alteração no volume da produção não altera nem para mais nem para menos o valor total do custo. Para que seja feita a identificação, não há necessidade de rateio (DUTRA, 2003).

Já para o custo fixo indireto pode-se dizer que não se pode apropriá-lo diretamente a cada tipo de bem ou função de custo, no momento de sua ocorrência, pois ocorrem genericamente em grupo de atividades ou órgãos, ou na empresa em geral. Começa a existir custo indireto quando determinada empresa fabrica mais de um tipo de produto ou executa mais de um tipo de serviço (DUTRA, 2003).

Para as “Despesas” conceitua-se como sendo gastos efetuados no passado, no presente ou que serão realizados no futuro. O fato gerador da despesa é o esforço contínuo para produzir receita, como receita pode derivar de despesa, assim sua característica é o fato dela tratar de expirações de fatores de

serviços direto com indiretamente relacionados com a produção e a venda do produto (ou serviço) da entidade (IUDICIBUS, 1997)

3.6.1 – Investimentos

São chamados de investimentos todos os sacrifícios havidos pela aquisição de bens ou serviços (gastos) que são “estocados” nos Ativos da empresa para baixo da amortização quando de sua venda, de seu consumo, de seu desaparecimento ou de sua desvalorização. Estes investimentos podem ser de diversas naturezas e de períodos: a matéria-prima é um gasto contabilizado temporariamente como investimento circulante; a máquina é um gasto que se transforma num investimento permanente; as ações adquiridas de outras empresas são de gastos classificados como investimentos circulantes ou permanentes, dependendo da intenção que levou a sociedade à aquisição (MARTINS, 2000).

Segundo RANGEL e CARVALHO (2002), a estrutura de investimento está composta de gastos com equipamentos e materiais para o processo de produção e taxas de impostos para regularizar a atividade, bem como gastos com remuneração de funcionários para a comercialização de ovos (coleta, classificação, encaixamento, controle de vendas, transporte e atendimento ao comércio em geral).

As instalações representam um alto investimento e, portanto, precisam ser bem planejadas e construídas. Uma vez instaladas, não podem ser deslocadas, por isso seu local de edificação deve ser bem escolhido e definido. Uma instalação mal localizada pode onerar de maneira considerável os custos de produção, pois pode aumentar as despesas de transporte e mão-de-obra, além de impedir o aproveitamento dos resíduos. Outro aspecto importante refere-se à funcionalidade: as instalações não precisam ser luxuosas, mas sim funcionais e práticas, de acordo com o propósito para o qual foram construídas.

3.7 – USO DO PLANEJAMENTO SIMPLEX EM MISTURAS

Bahiense (2007) avaliou a incorporação de resíduo de granito em argamassas. A propriedade analisada foi a de resistência à compressão, por ser função de outras

propriedades de interesse em concretos, tais como porosidade, tração, absorção de água, etc. Ele adotou para a formulação das superfícies de resposta, três índices de consistência afim de que se determinasse os teores de água e as restrições experimentais dos componentes das argamassas. As consistências adotadas foram de 255 ± 10 mm; 255 ± 20 mm e 255 ± 30 mm, cujas porcentagens máximas de incorporação de resíduo foram de 20, 30 e 40 % respectivamente. O modelo matemático que mais se ajustou aos experimentos foi o Modelo Cúbico Completo para todas as consistências.

Destafani (2009), avaliou com auxílio da rede simplex a incorporação de resíduo de granito em blocos prensados com adições de cimento e areia, onde avaliou experimentalmente e comparou os valores encontrados na rede. Destefani (2009) obteve características semelhantes às obtidas pela rede simplex, e a adição de resíduo de granito mostrou-se eficiente nos resultados finais.

CAPÍTULO 4 – MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo será apresentada a proposição de materiais e ensaios para este trabalho.

4.1 – Matérias-primas: Argila e resíduo de granito

As massas argilosas foram coletada em uma empresa de Campos dos Goytacazes-RJ, e esta foi a mesma que é usada nos produtos comerciais. O resíduo de granito foi coletado em Cachoeiro de Itapemirim-ES. As matérias –primas foram analisadas conforme fluxograma da Figura 27.

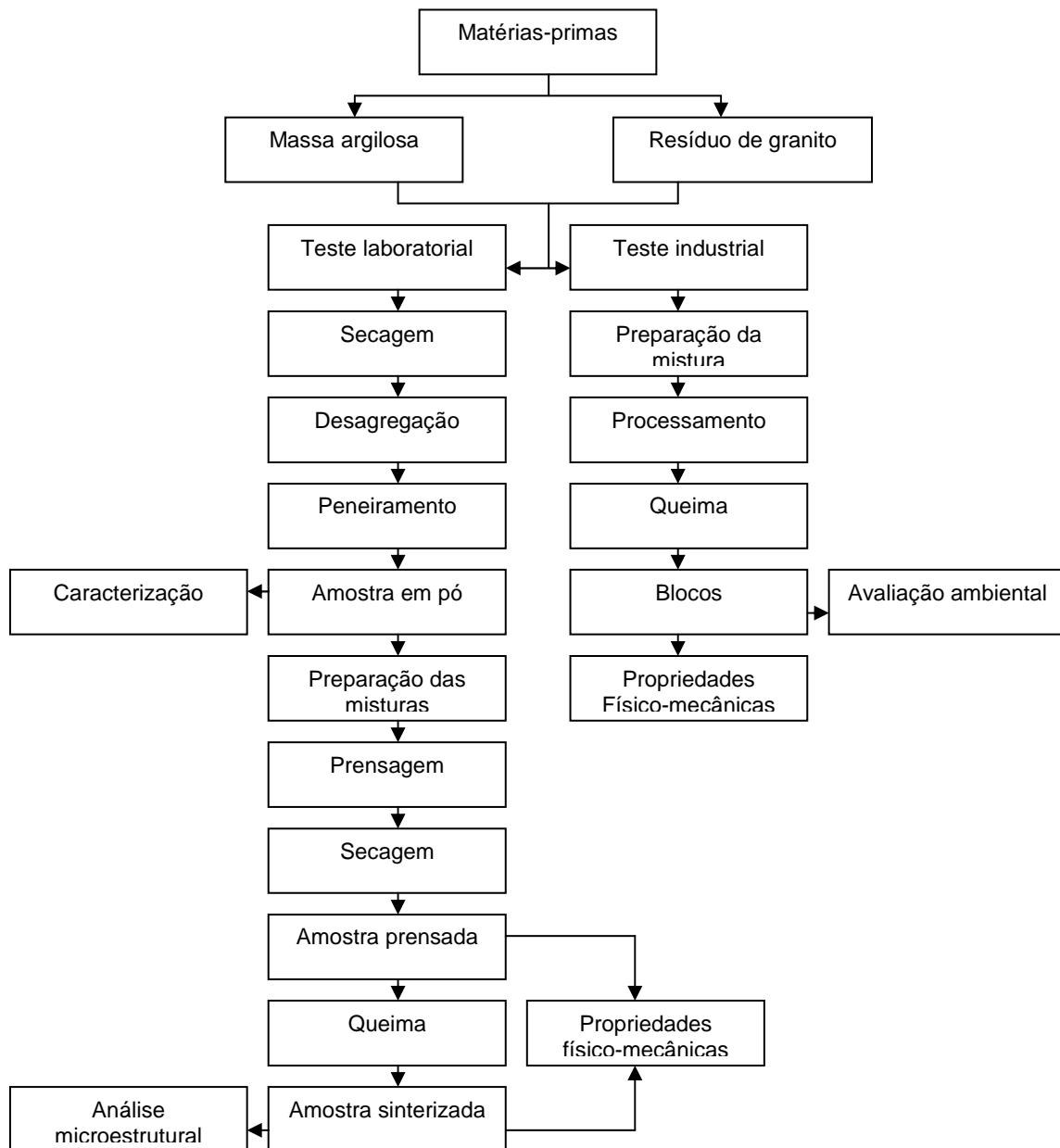


Figura 27: Fluxograma das etapas envolvidas

4.2 – Metodologia para preparação das amostras

O organograma abaixo (Figura 28), demonstra as etapas da caracterização das amostras.

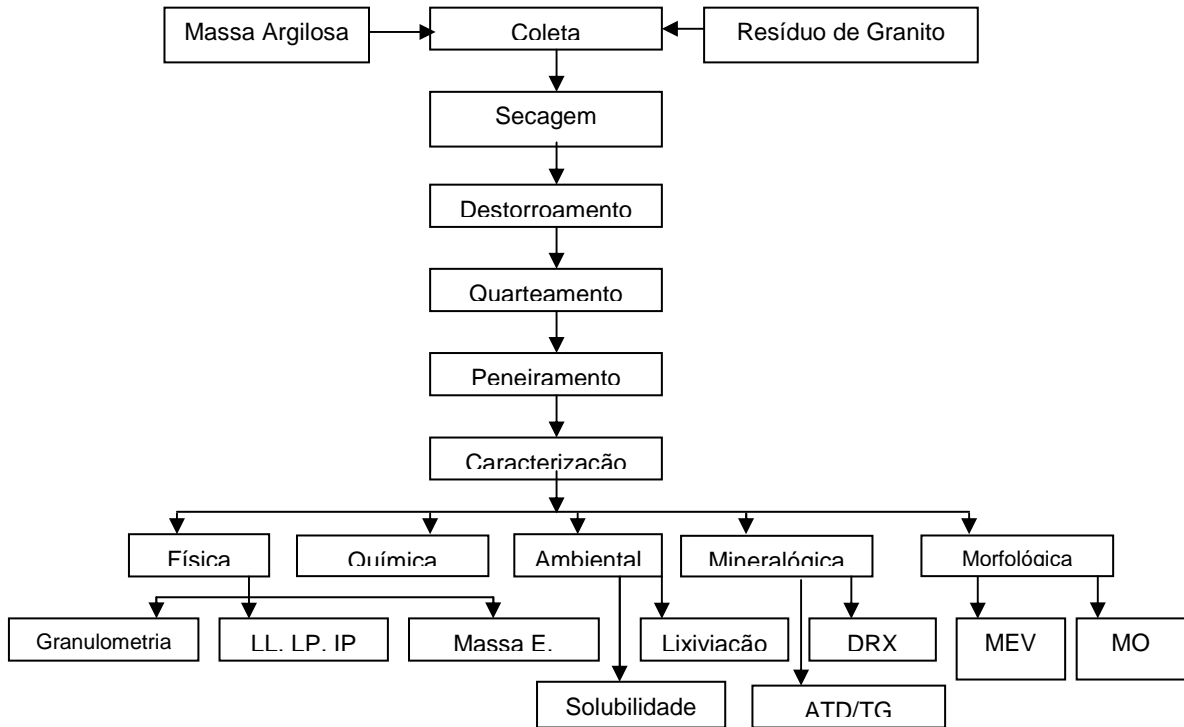


Figura 28: Organograma das etapas de caracterização

Depois da coleta, as amostras de argila e resíduo de granito foram levadas ao laboratório para secagem ao ar livre. Após secagem, os torrões foram desfragmentados com auxílio de um triturador, obtendo-se material com partículas finas.

Para garantir a homogeneidade de amostras, isto é, mesmas características e propriedades dos corpos de prova, a massa foi quarteada segundo as recomendações da ABNT 6457 (1986).

Posteriormente, a massa argilosa e o resíduo de granito foram passados na peneira nº40 (0,42 mm) descartando-se o material retido. O material passante foi destorroado com auxílio de mão de gral e almofariz até passar na peneira nº20 (0,25 mm). As amostras foram levadas à estufa a 110°C para eliminação da água livre e adsorvida. Deve-se ressaltar que o rejeito não foi submetido a nenhum processo de desferrização, mantendo-se toda a fração metálica.

A caracterização ambiental foi realizada no resíduo de granito e nas peças prensadas nas proporções estudadas. A caracterização física, química, mineralógica e morfológica foram realizadas em amostras independentes de argila e resíduo.

Considera-se neste trabalho, Argila Forte como sendo material argiloso que possui maiores frações de argilominerais quando comparado com Argila Fraca, a qual possui menos plasticidade.

4.3 – *Caracterização das matérias-primas*

4.3.1 - Caracterização ambiental

Na tentativa de identificar os efeitos nocivos ao meio ambiente, provocados pelo desdobramento de blocos de granito, torna-se necessário realizar a classificação ambiental do produto final.

O material foi submetido aos testes de Lixiviação e Solubilização. O ensaio de Lixiviação é um procedimento para separar substâncias contidas nos resíduos industriais por meio de lavagem ou percolação. O lixiviado foi submetido à análise química segundo a ABNT 10005 (1987).

No ensaio de solubilização faz-se a adição de água deionizada ou destilada ao resíduo sólido, seguido de agitação e filtragem. O filtrado foi submetido à análise química segundo a ABNT 10006 (1987).

Os ensaios de lixiviação e solubilização foram realizados pelos Laboratório ASL Análises Ambientais.

4.3.2 – Caracterização química

A determinação da composição química semiquantitativa do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais e das argilas: forte e fraca, foram obtidas por meio da técnica de análise química por fluorescência de raios X, de energia dispersiva (EDX), em um equipamento Shimadzu EDX-700 do Laboratório de Engenharia Civil (LECIV/UENF).

4.3.3 – Caracterização mineralógica

4.3.3.1 – Difração de raios x

Os ensaios de difração de raios-X foram realizados em amostras na forma de pó, utilizando-se um difratômetro marca SHIMADZU operando com radiação Cobre ($\text{Cu-K}\alpha$) e varredura de 2θ variando de 5 a 60° , pertencente ao Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV/UENF). A figura 29 apresenta o equipamento utilizado.



Figura 29-Difratômetro de raios-x

4.3.3.1 – Análise térmica (ATD/ATG)

A análise térmica das matérias-primas foi realizada no setor de Polímeros do Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV/UENF). As análises termogravimétricas (ATG) e termodiferencial (ATD) foram conduzidas simultaneamente em um equipamento TA Instruments, modelo SDT 2960, operando sob fluxo de oxigênio e taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, para identificação dos argilominerais e minerais, bem como, a observação do comportamento térmico das massas totais utilizadas.

Essas curvas apresentam a ocorrência eventual de transformações exotérmicas ou endotérmicas quando submetidas ao tratamento térmico, impostas às amostras.

Os materiais utilizados, foram passados na peneira nº200 (0,074mm). O material passante foi colocado em estufa a 110°C por 24 horas.

4.3.4 – Caracterização Morfológica

Para observação da textura dos materiais, foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV) do pó cerâmico, do resíduo de granito, das misturas, e também das fraturas dos materiais quando submetidos aos ensaios de compressão. As amostras foram secas em estufa 110°C por 24 horas, posteriormente metalizadas e novamente armazenadas em estufa a 110°C mantendo-as secas para garantir que o equipamento produza vácuo e a varredura tenha uma boa imagem. Foi utilizado o microscópio eletrônico de carredura marca Shimadzu, modelo Super Scan SSX-550. A figura abaixo apresenta o equipamento utilizado.



Figura 30-Microscópio Eletrônico de Varredura com EDS acoplado

4.4 – Caracterização física

4.4.1 – Distribuição de tamanho de partículas

A análise granulométrica das matérias-primas foi realizada por peneiramento e sedimentação de acordo com a norma NBR 7181 (1984), no Laboratório de Engenharia Civil da UENF. Inicialmente foram executadas as operação de peneiramento grosseiro (até a peneira de 2mm – 10 mesh) e peneiramento fino (até a peneira de 0,075mm – 200mesh). Para continuidade, o material passante da peneira de 200 mesh, foi sedimentado. Dessa, saiu a quantidade suficiente para adição de uma solução de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio afim de desagregar as partículas. O procedimento para o ensaio de sedimentação baseia-se na Lei de Stockes, na qual a velocidade terminal de sedimentação depende do tamanho de partícula e viscosidade do fluido (Equação 4.1).

$$V=gd^2(\rho- \rho_f)/18\eta \quad (4.1)$$

Onde:

V=velocidade terminal;

g=gravidade;

d=diâmetro esférico equivalente;

ρ =massa específica do material;

ρ_f =massa específica do fluido;

η =viscosidade do meio fluido.

4.5 – Avaliação das misturas das argilas de Campos dos Goytacazes-RJ com o resíduo de granito de Cachoeiro de Itapemirim-ES

Consiste em encontrar através das propriedades dos materiais empregados, os melhores resultados físicos (resistência a compressão e absorção) das peças confeccionados. Quando confeccionados essas peças deverão obedecer alguns critérios:

- Quando moldados, deverão se conformar e não destorroar antes ou após serem queimados
- Deverão apresenta-se rígidos para manuseio já que o processo industrial, o material deve ser manuseado sem riscos de quebras
- Não poderão apresentar-se úmidos de forma que sugem a estampa, ou carimbo, pois isso atrasaria a confecção dos demais, refletindo no custo final do material.
- Deverão apresentar maiores teores de resíduo possível, desde que atinja resistência segundo norma técnica.

4.5.1 – Avaliação da umidade de prensagem

Como descrito anteriormente, alguns requisitos devem ser satisfeitos para uma melhor conformação das peças sem prejudicar o andamento da produção, portanto para os materiais analisados, foram feitas misturas em proporções definidas

para avaliar a densidade aparente seca antes da queima. Foram avaliadas misturas envolvendo os materiais em diferentes umidades e prensagem (Tabela 6). Foram moldados corpos de prova cilíndricos em um molde com carga uniaxial (Figura 31).

Tabela 6: Misturas para diferentes umidades e carga de prensagem

	U8%	U12%	U16%
MT1			
MT2		P20T; P100T	
MT3			

U=umidade de prensagem, P=força de compactação, MT=misturas



Figura 31: Figura do molde para peças preliminares

Na Figura 32 encontram-se alguns corpos de prova que foram moldados pela molde da figura anterior.



Figura 32:Cilindros moldados

As prensagens foram definidas de acordo com os equipamentos existentes no mercado para confecção de blocos prensados. Este tópico será melhor esclarecido no ítem “Avaliação da energia de compactação”. A compressão foi Uniaxial de Efeito Simples, como diferenciado por Alberio (2000).

4.5.2 – Avaliação da energia de compactação

As massas cerâmicas foram submetidas à compactação por prensagem uniaxial com ação única do pistão superior. A energia de compactação foi determinada a partir de equipamentos de confecção de blocos prensados. No mercado atual existem alguns modelos para diferentes fabricantes. A capacidade de compactação das máquinas é em média 15 toneladas, e uma segunda linha esta sendo desenvolvida onde a capacidade de compactação é de 100 toneladas.

Foi convertida a força de compactação dos equipamentos (F) para a carga de compactação (T), pois:

$$T=F/A \quad (4.2)$$

Onde A= área;

As cargas aplicadas nos corpos de prova cilíndrico foram convertidas para as forças, de acordo com a área do molde.

A prensa industrial usada para moldar os corpos de prova foi a P6 de fabricação da empresa Máquinas Man, cedida gentilmente para os ensaios pela empresa Forma Engenharia. A Figura 33 apresenta a massa sendo preparada alguns blocos moldados na prensa.



Figura 33: massa sendo preparada e blocos moldados na prensa automática

4.5.3 – Propriedades Tecnológicas

4.5.3.1 – Absorção de água

A determinação da absorção de água dos corpos de prova queimados foi realizada de acordo com a norma ASTM (1977a) segundo a Equação 4.3 abaixo.

$$AA = \left(\frac{MU - MS}{MS} \right) * 100 \quad (4.3)$$

onde, AA é a absorção de água dada em porcentagem, a MU é a massa queimada úmida do corpo de prova e MS é a massa seca em estufa do corpo de prova em gramas.

4.5.3.2 – Massa específica Aparente

A massa específica aparente foi determinada segundo a ASTM (1977a). A massa específica aparente foi calculada através da Equação 4.4.

$$MEA = M/V \quad (4.4)$$

Onde M.E.A. é a massa específica aparente da peça cerâmica, M é a massa da peça cerâmica queimada ou seca, V é o volume da peça cerâmica queimada.

4.5.3.3 – Compressão Simples

Para a determinação da compressão simples dos corpos de prova cerâmico cilíndricos e dos corpos de prova industriais, foi utilizado a prensa marca INSTRON, do Laboratório de Materiais da Universidade Estadual Norte Fluminense - UENF. A velocidade de aplicação de carga foi de 0,5mm/min. Antes do ensaio, os corpos de prova queimados e capeados. Este ensaio foi baseado na ISRM (1981). A Equação 4.5 da resistência à compressão simples dos corpos de prova cilíndricos cerâmicos.

$$\sigma = \frac{F}{A \cdot g} \quad (4.5)$$

onde, σ é a resistência à compressão simples, F a carga na ruptura, A a área da seção transversal do cilindro dada por $A = \pi \cdot r^2$, r o raio e g a aceleração da gravidade 9,81 m/s².

4.5.4 – Avaliação experimental

4.5.4.1 – Modelagem numérica

De acordo com Montgomery (1997) em qualquer área de pesquisa, está-se sempre interessado em saber quais variáveis são importantes em algum estudo que se esteja realizando, assim como os limites inferior e superior de valores dessas variáveis.

A partir desses resultados, Montgomery (1997) destacou que, técnicas estatísticas foram utilizadas de modo a se concluir algo em relação à dependência da resposta com as variáveis analisadas. O planejamento experimental é uma dessas técnicas, que atualmente vem sendo usada em grande escala. Através dela, pesquisadores podem determinar as variáveis que exercem maior influência no desempenho de um determinado processo, tendo como resultado:

- redução da variação do processo e melhor concordância entre os valores nominais obtidos e os valores pretendidos;
- redução do tempo do processo;
- redução do custo operacional;
- melhoria no rendimento do processo.

Antes de iniciar a os experimentos, os objetivos e os critérios devem estar bem claros, de modo a dar subsídios para a escolha dos seguintes fatores:

- das variáveis envolvidas no experimento;
- da faixa de variação das variáveis selecionadas;
- dos níveis escolhidos para essas variáveis;
- da variável de resposta; e
- do planejamento experimental.

A análise dos resultados é feita através de métodos estatísticos que guiam à uma tomada objetiva de decisão. A Figura 34 apresenta os processos necessários para o alcance dos objetivos de um planejamento experimental.

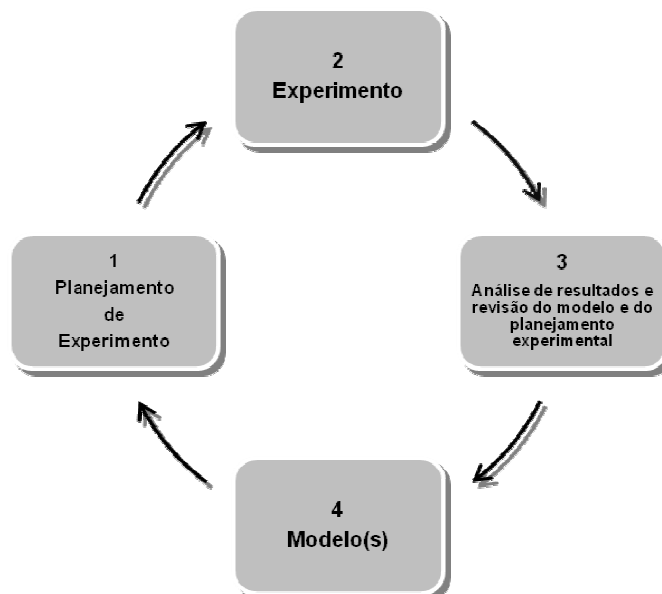


Figura 34: Estratégia experimental (Montgomery, 1997)

4.5.3.2 – Experimento com misturas

No experimento de misturas, qualquer variação que haja nos componentes, espera-se uma variação proporcional na resposta. Isto é, se as quantidades de todos os componentes da mistura forem triplicadas, a mistura também será

triplicada. As proporções dos diversos componentes de uma mistura não são independentes, e, obedecem à Equação 4.6.

$$\sum_{i=1}^q x_i = 1 \quad (4.6)$$

Onde, na Equação 4.6 a letra q representa o número de componentes da mistura (ou fatores). A representação gráfica desta equação é apresentada na Figura 33.

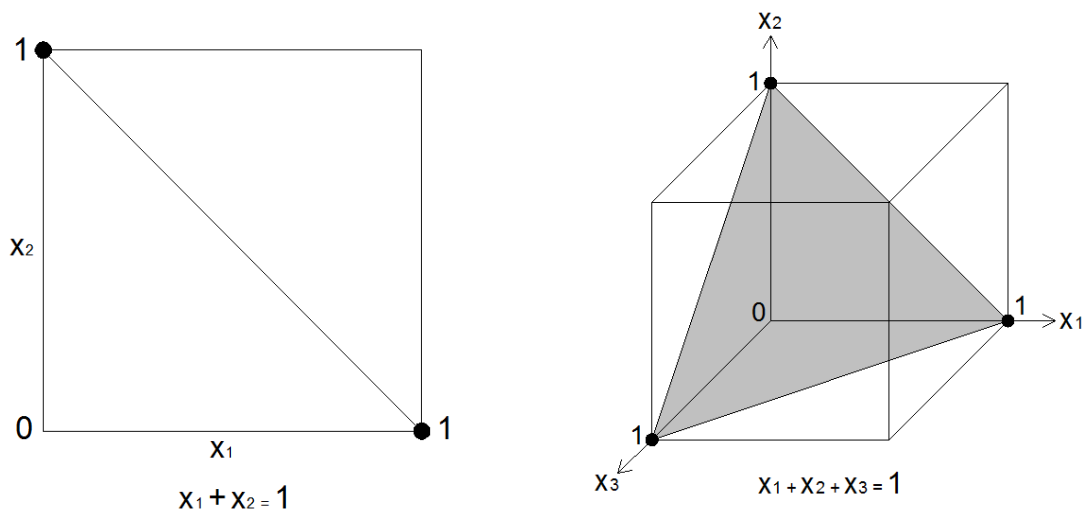


Figura 35: Representação gráfica da equação (4.6) para 2 e 3 componentes (Montgomery, 1997)

Observa-se na Figura 35 que, para 2 componentes, a linha central (diagonal) contém todas as combinações para as proporções de x_1 e x_2 . O espaço da mistura para 3 componentes é um triângulo equilátero, onde, vértices deste triângulo correspondem aos componentes “puros” e os lados às misturas binárias.

4.5.3.3 – Planejamento em Rede Simplex

O ajuste de dados coletados em pontos de um programa experimental são associados à equações polinomiais (Cornell, 1990).

No planejamento em Rede Simplex são testadas para cada fator ou componente no modelo, $m + 1$ proporções igualmente espaçadas. Estas proporções são obtidas através da Equação 4.4.

$$x_i = 0, \frac{1}{m}, \frac{2}{m}, \dots, 1 \quad i = 1, 2, \dots, q \quad (4.4)$$

Por exemplo, em um experimento com três componentes ou fatores ($q = 3$), onde optou-se por um modelo do segundo grau ($m = 2$) para representar a superfície de resposta ter-se-ia as seguintes proporções para cada componente:

$$x_i = \left(0, \frac{1}{2}, 1 \right) \quad (4.7)$$

Onde a combinação destes fatores resultaria em:

Tabela 7: Composição das misturas para o planejamento Simplex ($q = 3$ e $m = 2$)

X1	X2	X3
1	0	0
0	1	0
0	0	1
$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	0
0	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$
$\frac{1}{2}$	0	$\frac{1}{2}$

O número de pontos em uma rede simplex é obtido através da Equação 4.8.

$$\frac{(q + m - 1)}{m!(q - 1)!} \quad (4.8)$$

A Figura 36 representa a rede simplex para a exemplificação de três componentes e o modelo quadrático analisado.

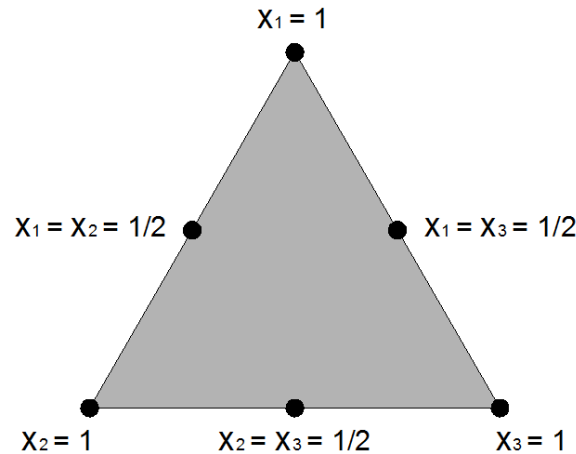


Figura 36:Planejamento Rede Simplex para q = 3 componentes e m = 2

4.5.3.4 – Representação da forma polinomial canônica

No planejamento de misturas, os modelos matemáticos usualmente utilizados são descritos na Tabela 8.

Tabela 8:Modelos e equações polinomiais (Montgomery, 1997)

Modelo	Equação
Linear	$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i$
Quadrático	$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j}^q \beta_{ij} x_i x_j$
Cúbico Especial	$y = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i<j}^q \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i<j<k}^q \beta_{ijk} x_i x_j x_k$

Os parâmetros β_i representam as respostas esperadas para os componentes puros, o termo $\sum_{i=1}^q \beta_i x_i$ representa a porção linear da mistura. Quando houver uma curvatura aparecendo da mistura não linear entre os pares dos componentes, os parâmetros β_{ij} que representam a mistura *sinérgica* se o sinal for positivo, ou, *antagônica* se o sinal for negativo, serão diferentes de zero.

O número de termos de um polinômio de q , componentes ou fatores e m , grau do polinômio, é igual ao número de pontos associados à rede simplex obtido pela equação, para os mesmos parâmetros ($q;m$).

A Tabela 9 apresenta o número de termos em um polinômio de q componentes para os modelos: linear, quadrático e cúbico especial.

Tabela 9: Número de termos polinomiais

Número de componentes (q)	Linear	Quadrático	Cúbico Especial
2	2	3	-
3	3	6	7
4	4	10	14
.			
.			
.			
Q	Q	$\frac{q(q+1)}{2}$	$\frac{q(q+5)}{6}$

A resposta dos componentes é representada da seguinte forma:

- Para componentes puros: y_i
- Para misturas binárias com proporções iguais: y_{ij}
- Para misturas ternárias com proporções iguais: y_{ijk}

A Figura 37 apresenta a nomenclatura utilizada para as respostas dos pontos experimentais.

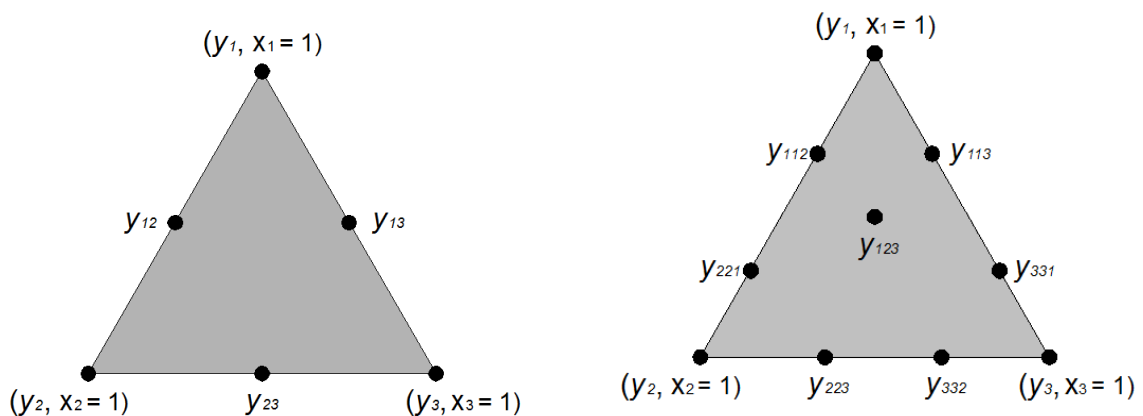


Figura 37: Nomenclatura de respostas para pontos da Rede Simplex {3,2} e {3,3} (Cornell, 1990)

4.5.3.7 – Modelos matemáticos

Para a determinação da superfície de respostas da propriedade mecânica (resistência à compressão) foram adotados quatro modelos numéricos, compreendendo a quantidade mínima de pontos para a geração do: modelo linear (3 pontos), modelo quadrático (6 pontos), modelo cúbico especial (7 pontos) e modelo cúbico completo (10 pontos). As Figuras 38 e 39 ilustram geometricamente os pontos necessários para a obtenção dos modelos matemáticos analisados.

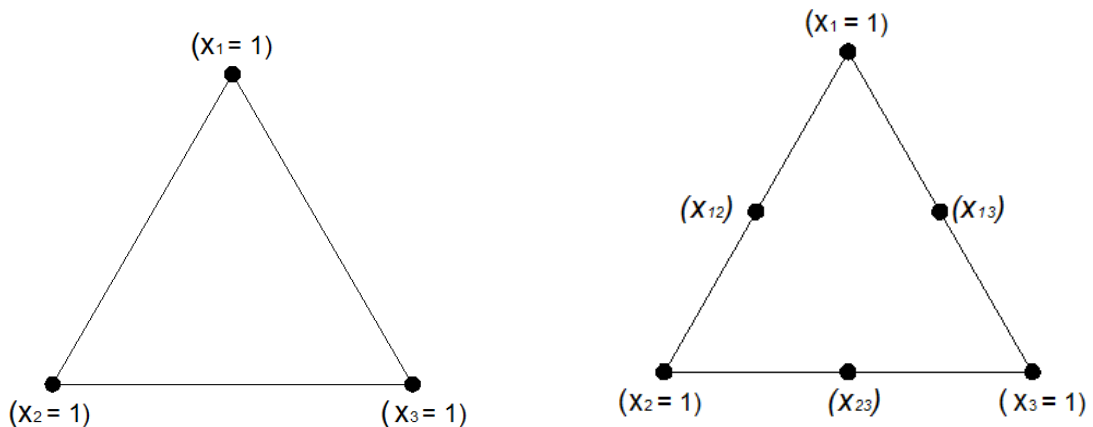


Figura 38: Modelo linear e modelo quadrático.

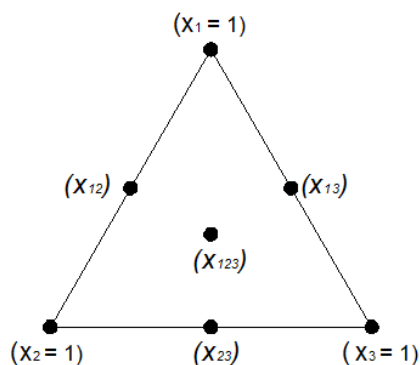


Figura 39: Modelo cúbico especial

4.5.3.8 – Programa Estatística

Foi utilizado o software *Statística* para a geração de gráficos estatísticos e superfícies de respostas dos modelos matemáticos.

Criado pela Statsoft, o software *Statística* é utilizado especificamente para o planejamento de experimentos. O módulo do software empregado neste estudo foi o

Experimental Design, com a opção Mixture Design Triangular Surfaces, adequado especificamente para misturas ternárias e geração de superfícies de respostas. No Anexo A2 são apresentados os parâmetros dos polinômios, e a avaliação dos modelos de avaliação das análises utilizadas no planejamento simplex.

4.5.4 – Processamento das composições

4.5.4.1 - Preparo das massas

As massas receberam a umidade avaliada e foram moldados e novo peneiramento em malha 20 mesh, seguido de descanso de 24 horas para conformação dos corpos de prova.

4.5.4.1 – Conformação dos corpos de prova para avaliação

Os materiais depois de secos em estufa foram pesados e misturados nas proporções para estudo do planejamento experimental. A Tabela 11 abaixo demonstra os percentuais usados e a quantidade de corpos de prova que foram confeccionados.

Posteriormente a mistura, foram secos novamente em estufa e determinada sua umidade após 24h. Decorrido o período, foram acrescentado a quantidade de água suficiente para chegar à umidade padrão desejada. Após foram moldadas de acordo com a prensagem desejada.

Tabela 10: Percentuais usados e número de corpos de prova utilizados

	Argila FO (forte)	Argila FR (fraca)	Resíduo	Nº Corpos de Prova	Prensagem correspondente
A	100%	0%	0%	20	P20T; P100T
B	0%	100%	0%	20	
C	0%	0%	100%	20	
AB	50%	50%	0%	20	
AC	50%	0%	50%	20	
BC	0%	50%	50%	20	
ABC	33,3%	33,3%	33,3%	20	

Para configurar uma proporção de 1:1 (diâmetro x altura) afim de ficar o mais próximo possível do ensaio descrito pela NBR 10834, onde o bloco é cortado ao meio e feito um prisma para o ensaio a compressão, todas as misturas mantiveram esta proporção.

4.5.4.2 – Secagem

Esta etapa foi realizada em uma estufa utilizando uma temperatura de 110°C por 24 horas, até a obtenção de peso constante dos corpos de prova.

4.5.4.3 – Queima

A queima foi realizada no forno do Laboratório de Engenharia Civil -UENF, nas temperaturas de 850°C e 1050°C, para a etapa de avaliação da mistura das argilas e resíduo e para os blocos das misturas finais. Foi utilizada uma taxa de aquecimento e resfriamento foi de 2°C/min, com 120 minutos de permanência na temperatura de patamar.



Figura 40: Blocos cerâmicos prensados e queimados

Caracterização das composições

Para caracterização das formulações foi analisado a distribuição do tamanho de partículas por meio de análise granulométrica:

- **Distribuição de tamanho de partícula-** peneiramento e sedimentação.

4.6 – Avaliação econômica e layout

A avaliação econômica simulado contempla a análise de viabilização de uma fábrica para confecção dos blocos cerâmicos prensados, com levantamento dos materiais e das proporções de adição de resíduo conforme resultados encontrados nas misturas. Faz-se ainda a demonstração e disposição dos equipamentos para fabricação.

CAPÍTULO 5 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1- Caracterização das matérias primas

As figuras 41a, 41b e 41c, apresentam os difratogramas de raios-X das argilas “forte” FO, “fraca” FR e resíduo de granito RES. Observa-se que as argilas FO e FR apresentaram composição mineralógica similar com a presença de picos de difração da caulinita $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, quartzo (SiO_2), mica muscovita ($\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e gibsita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Nota-se também picos de baixa intensidade, estes picos de difração podem estar associados aos minerais do grupo dos piroxênios e à montmorilonita, respectivamente.

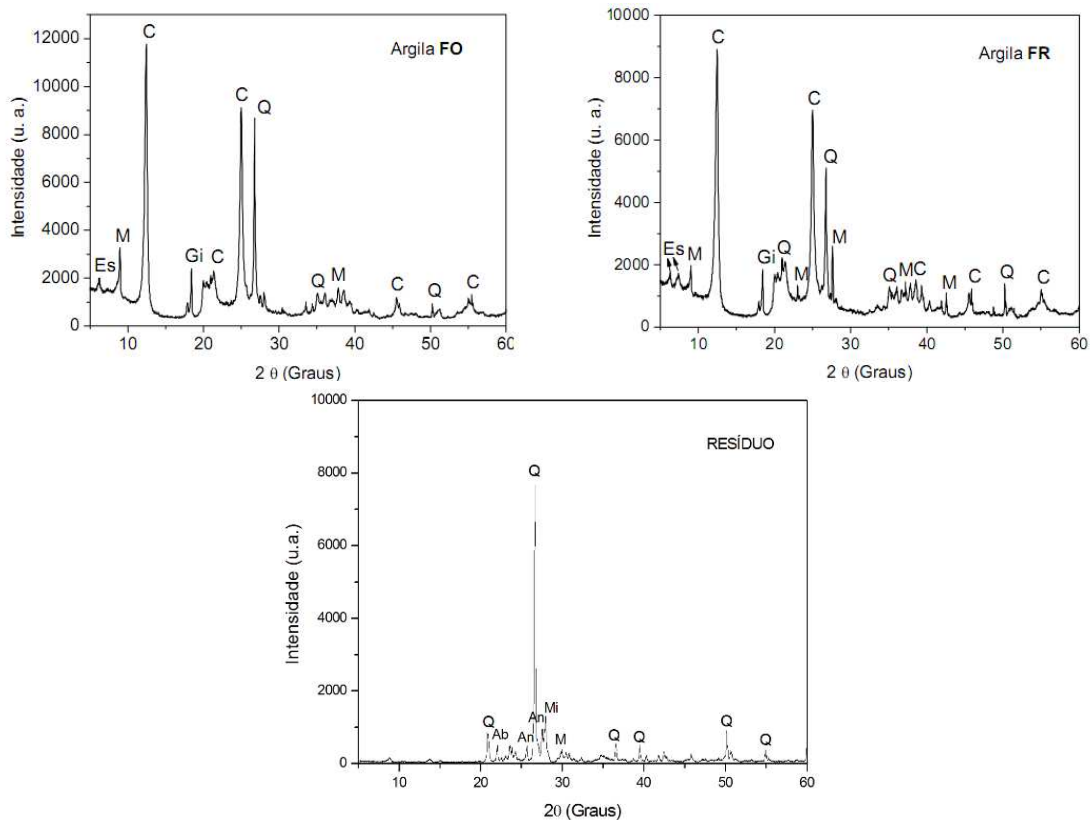


Figura 41: Difratogramas de raios-X das matérias-primas. C = caulinita; Q = quartzo; M = mica muscovita; H = hematita; Mm = mineral micáceo; Mi = microclina; FPI = feldspato plagioclásio, An = Anortita, Ab = Albita.

A presença de gibsita em ambas as argilas indica que nem toda a alumina (Al_2O_3) esteja na estrutura dos argilominerais. A gibsita é um mineral que contribui para aumentar a perda ao fogo e refratariedade das argilas (Monteiro *et al.*, 2004). A caulinita é o argilomineral presente no caulim e em muitas argilas utilizadas para fabricação de produtos cerâmicos destinados à construção civil. Este mineral é responsável pelo desenvolvimento da plasticidade e apresenta comportamento de

queima refratário. O quartzo se constitui na principal impureza presente nas argilas, atuando como matéria prima não plástica e inerte durante a queima. A mica muscovita é um mineral com morfologia lamelar que pode ocasionar o aparecimento de defeitos nas peças cerâmicas. Desde que apresente tamanho de partícula reduzido, a mica muscovita pode atuar como fundente devido à presença de óxidos alcalinos.

O caráter refratário das argilas de Campos dos Goytacazes-RJ é verificado nas características mineralógicas, a elevada fundência da argila e o comportamento inerte da areia que irá atuar como material não plástico proporcionando uma maior estabilidade dimensional nas peças após a etapa de secagem e queima.

5.2 - Composição química

A Tabela 12 apresenta a composição química das materias primas envolvidas. Como característica da região, as argilas são predominantemente constituídas de SiO_2 e Al_2O_3 . Através da relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, observa-se que a argila FO possui maior quantidade de caulinita e menor quantidade de quartzo em comparação com a argila FR. A relação quanto mais próxima de 1,18, correspondente a caulinita teórica, indica uma maior quantidade de caulinita presente na argila. A relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ das argilas FO e FR é de 1,23 e 1,32 respectivamente.

Tabela 11: Composição química das matérias-primas (% em peso)

Matérias-primas	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	SO_3	TiO_2	CaO	MnO	PF
Argila Fraca	46,72	35,34	9,46	3,27	2,42	1,73	0,78	0,109	7,60
Argila Forte	45,99	37,39	9,87	2,65	1,40	1,80	0,60	0,072	11,90
Resíduo	53,09	17,24	10,31	5,69	1,93	1,65	9,72	0,161	1,34

O elevado valor de óxido de ferro, superior a 3%, nas duas argilas proporciona uma colocação avermelhada após a queima. O óxido de cálcio presente nas argilas está geralmente associado à calcita, CaCO_3 (Navarro & Albaro, 1981). Nas argilas a presença de CaO é baixo, porém o resíduo possui elevado teor, cerca de 9.72%. Os óxidos alcalinos são fundentes muito ativos e tem como finalidade a formação de fase líquida, necessária para a consolidação das partículas, nas argilas os teores de (K_2O) são inferiores aos encontrados no resíduo. Estes óxidos se

encontram formando compostos como os feldspatos, minerais micáceos como a mica muscovita, presentes nas matérias primas investigadas (Oliveira *et al.*, 2000). A perda ao fogo (PF) ocorre principalmente devido à perda de água de constituição dos argilominerais, desidratação de hidróxidos, oxidação de matéria orgânica e decomposição de carbonatos (Santos,1989).

5.3 - Comportamento de Queima

As curvas ATD/TG das matérias-primas estão apresentadas nas Figuras 42 e 43. Na Figura 42 pode-se observar as curvas de TG/DTG para as argilas FO e FR, simultaneamente. Nas temperaturas iniciais de aquecimento ocorrem perdas de massa de 3,3 e 2 % para as argilas FO e FR, respectivamente. Esta perda de massa inicial é atribuída à eliminação de água de umidade. Entre as temperaturas de 250 e 275°C ocorre uma reação endotérmica devido à eliminação de água de hidróxidos com perdas de massas de 5,2 e 2,1% para as argilas FO e FR, respectivamente. As maiores perdas de massa, 10,1% para argila FO e 5,1% para a argila FR, estão associadas com a desidroxilação da caulinita, pico endotérmico a aproximadamente 480°C.

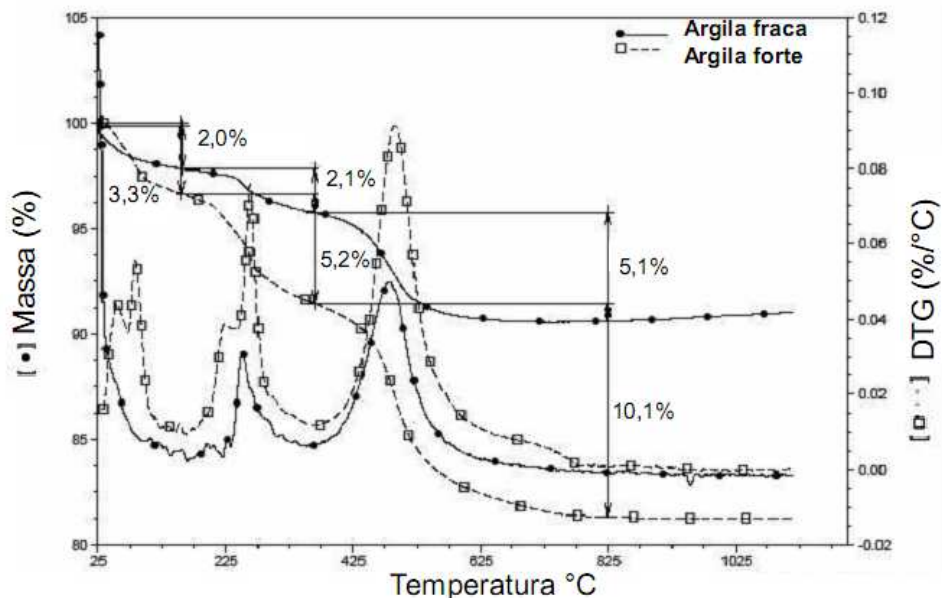


Figura 42: Análise térmica da argila fraca e forte

Avaliando a curva termogravimétrica do resíduo de granito da Figura 43, nota-se que o resíduo perde cerca de 1,8% da sua massa total a 800°C. Mantendo praticamente constante.

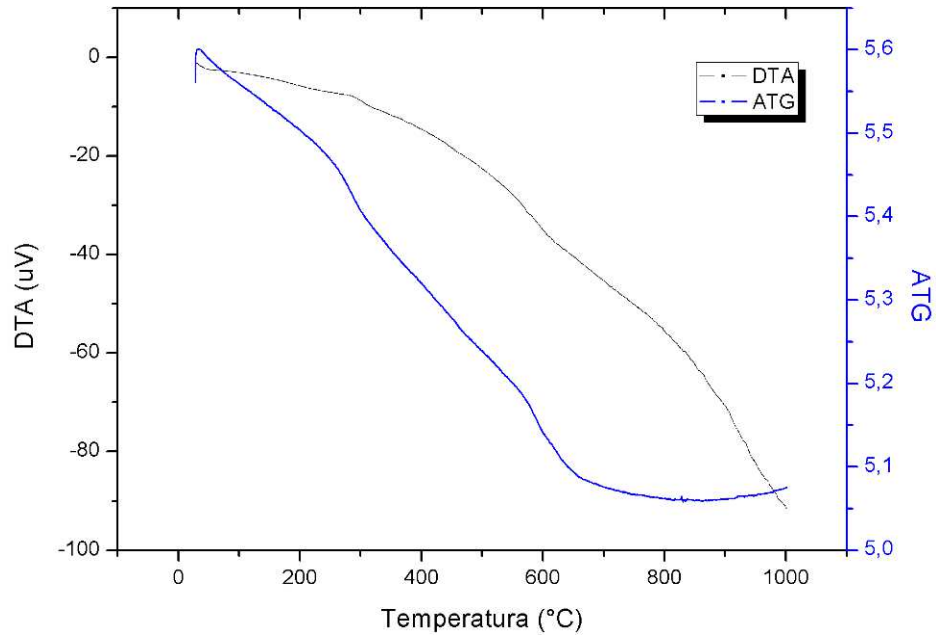


Figura 43: Análise térmica do resíduo

5.4 - Distribuição de tamanho de partículas

Com base nas Figuras 44 e 45, pode-se observar a distribuição de tamanho das partículas das matérias-primas. Nesta figura, as diferentes faixas de tamanho estão associadas à fração argila, silte e areia, esta última dividida ainda em areia fina média e grossa, segundo a ABNT.

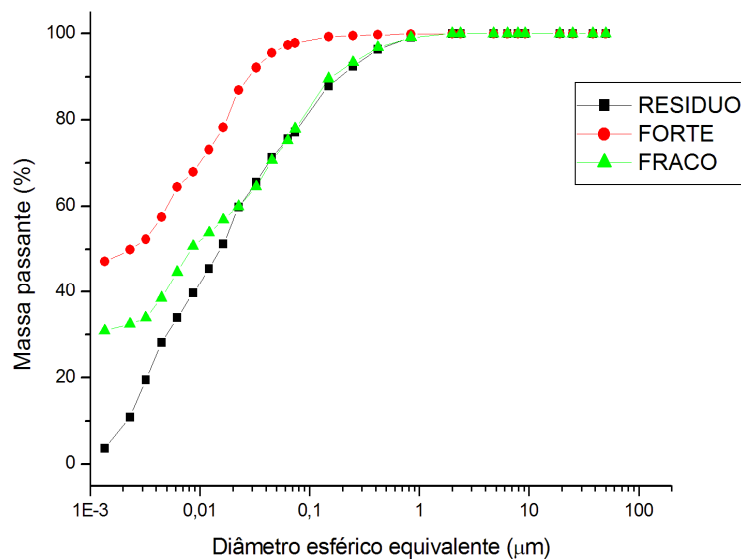


Figura 44: Tamanho das partículas

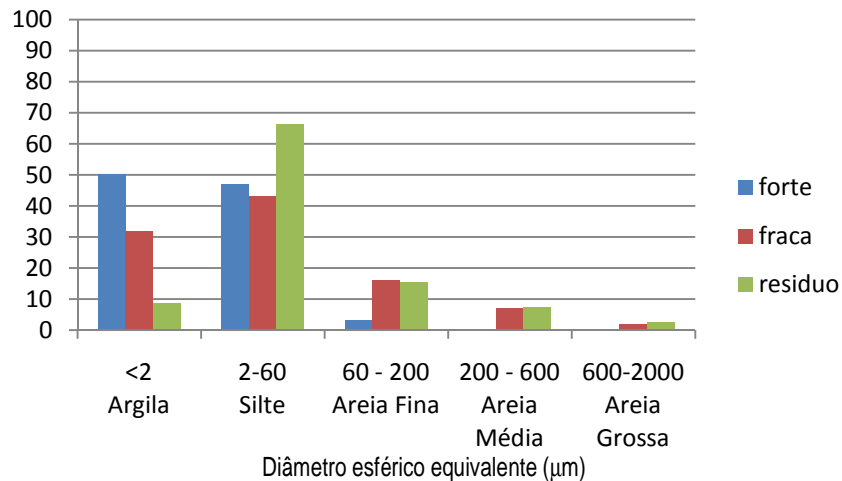


Figura 45: Tamanho das partículas classificadas

Observa-se que a argila FO apresenta maior teor de argila (<2µm), quando comparadas com os outros materiais, isso se deve à presença de argilominerais, confirmando resultados já analisados na composição química. No caso das argilas FO e FR, pode-se correlacionar esta fração granulométrica à caulinita. As partículas de areia grossa na forma de quartzo podem ser problemáticas para a etapa de queima da cerâmica devido ao risco de aparecimento de trincas causadas pela transformação alotrópica do quartzo em temperaturas na ordem de 570°C, o que acarreta na redução da resistência mecânica, por outro lado a areia reduz a retração por secagem e queima.

5.5– Caracterização ambiental

A descrição dos ensaios de lixiviação e solubilização dos materiais envolvidos constam na tabela 13 e tabela 14, de acordo com a NBR10004.

Tabela 12: Lixiviação da argila forte, fraca e resíduo

Parâmetro (mg/kg)	Limite de quantificação	Valor máximo permitido	Resultado FORTE	Resultado FRACA	Resultado RESÍDUO
Ferro	0,07	Não aplicável	< limite quantificado	0,116	0,556
Chumbo	0,23	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Estanho	0,08	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Bário	0,07	Não aplicável	0,159	0,208	0,208
Cádmio	0,07	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Prata	1,23	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Cobre	0,79	Não aplicável	< limite	< limite	0,143

Níquel	0,05	Não aplicável	quantificado < limite	quantificado < limite	0,242
Silício	0,32	Não aplicável	quantificado 1,400	quantificado 3,737	2,752
Mercúrio	0,005	Não aplicável	< limite	< limite	< limite
Cromo total	0,13	Não aplicável	quantificado < limite	quantificado < limite	quantificado < limite
Fluoreto diluição: 20	0,3	Não aplicável	quantificado < limite	quantificado < limite	quantificado < limite
Selênio	0,15	Não aplicável	quantificado < limite	quantificado < limite	quantificado < limite
Manganês	0,04	Não aplicável	quantificado < limite	0,131	0,569
Alumínio	0,07	Não aplicável	quantificado 1,797	3,379	0,594

Tabela 13: Solubilização da argila forte, fraca e resíduo

Parâmetro (mg/kg)	Limite de quantificação	Valor máximo permitido	Resultado FORTE	Resultado FRACA	Resultado RESÍDUO
Ferro	0,07	Não aplicável	0,101	0,094	< limite quantificado
Chumbo	0,23	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Estanho	0,08	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Bário	0,07	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	0,062
Cádmio	0,07	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Prata	1,23	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Cobre	0,79	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Níquel	0,05	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Silício	0,32	Não aplicável	< limite quantificado	0,718	1,045
Mercúrio	0,005	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Cromo total	0,13	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Fluoreto	0,3	Não aplicável	1,01	0,82	0,30
Selênio	0,15	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Manganês	0,04	Não aplicável	< limite quantificado	< limite quantificado	< limite quantificado
Alumínio	0,07	Não aplicável	0,138	0,126	0,204

Avaliando os resultados encontrados nas tabelas anteriores, é observada uma semelhança nos resultados comparados das argilas com o resíduo, onde os limites superiores ultrapassados nos resíduos também foram encontrados nas argilas, em alguns casos o resíduo apresentou-se com valores inferiores aos encontrados pelos

limites das argilas. O alumínio, segundo a NBR 10004, não deve ser superior a 0,200mg/kg, no caso do resíduo esse valor solubilizado ficou muito próximo do valor máximo, 0,004mg/kg.

Os resultados obtidos neste trabalho mostram semelhança com os resultados obtidos por Silva (1998), Neves (2002) e Xavier (2006) os quais classificaram seus resíduos de granito como um material não tóxico, não corrosivo, não inerte de classe II.

5.6 - Propriedades tecnológicas

Inicialmente afim de conhecer os parâmetros iniciais de prensagem das argilas usadas, foram realizados ensaios de compactação em misturas descritas na Tabela 15.

Tabela 14: Composição das misturas iniciais

	90FR10FO	80FR20FO	70FR30FO
M1	U8% U10% U12%		
M2		U8% U10% U12%	
M3			U8% U10% U12%

U=umidade de prensagem; FR=argila fraca; FO argila forte; M=misturas

Todas as misturas foram queimadas nas temperaturas de 600°C, 800°C e 1000°C, a uma tensão de compressão para moldagem de 61,0 kgf/cm².

Na Figura 46 observa-se as densidades aparentes a seco das misturas preliminares.

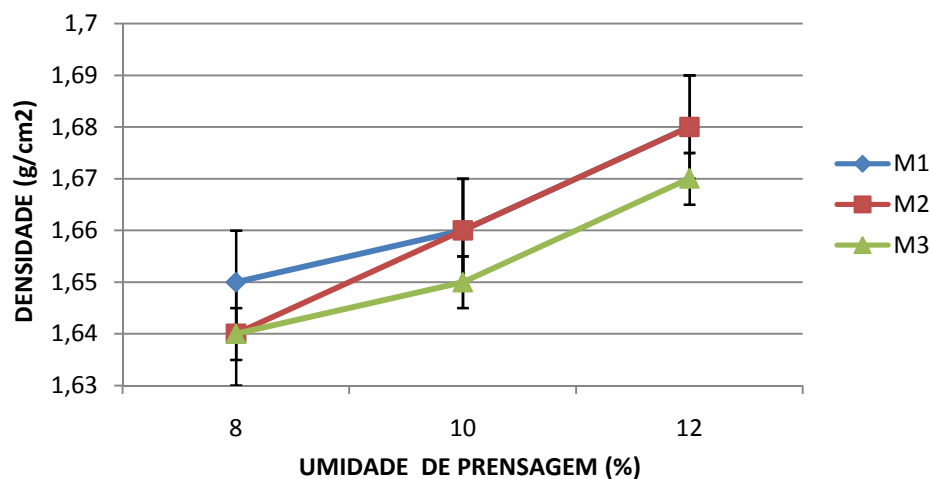


Figura 46: Densidade das misturas iniciais

Como observado, o aumento da umidade de prensagem proporcionou um aumento da densidade aparente seca nas misturas, porém, as misturas M1 e M2 apresentaram valores idênticos na umidade de prensagem em 10% e 12%.

Observa-se nas Figuras 47 a 49 abaixo os resultados de absorção das misturas para as diferentes temperaturas de queima.

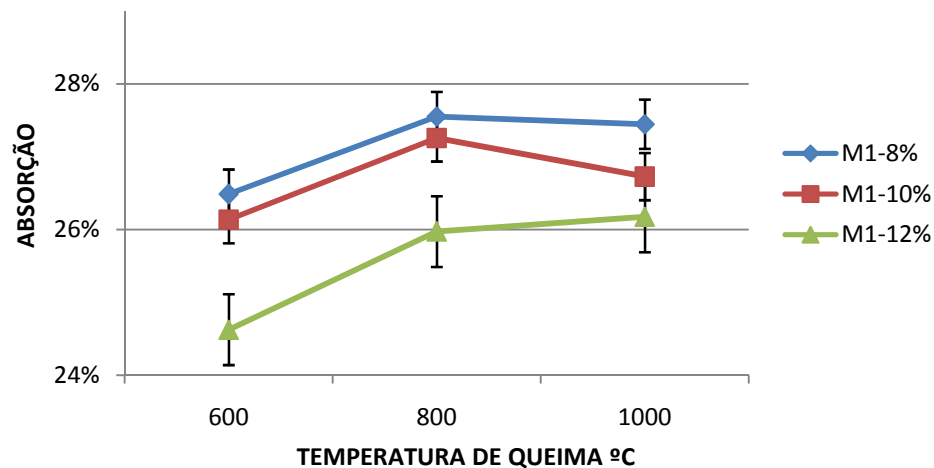


Figura 47: Absorção d'água da mistura M1 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

Na Figura 47, o aumento da umidade de prensagem diminuiu a absorção da água quando comparado com os valores apresentados pelas umidades de 8% e 10%, as quais apresentaram semelhança estatística.

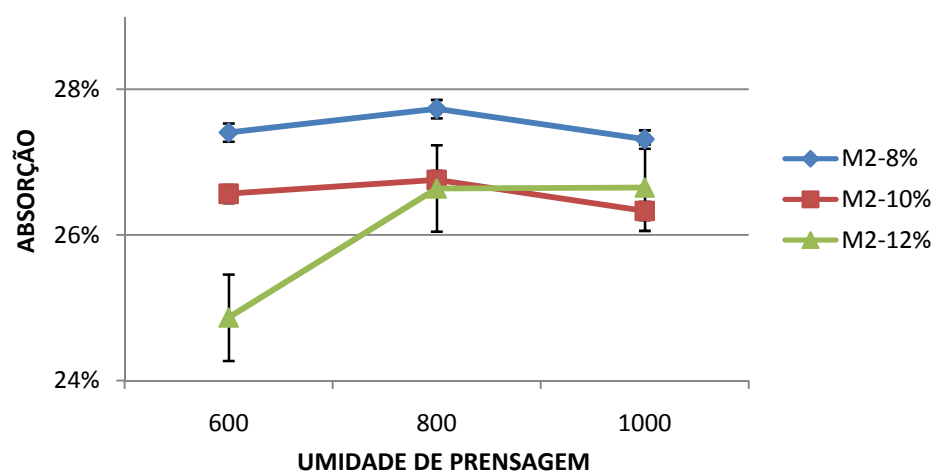


Figura 48: Absorção d'água da mistura M2 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

Na Figura 48 observa-se o aumento da absorção d'água com o aumento da umidade de prensagem pela absorção.

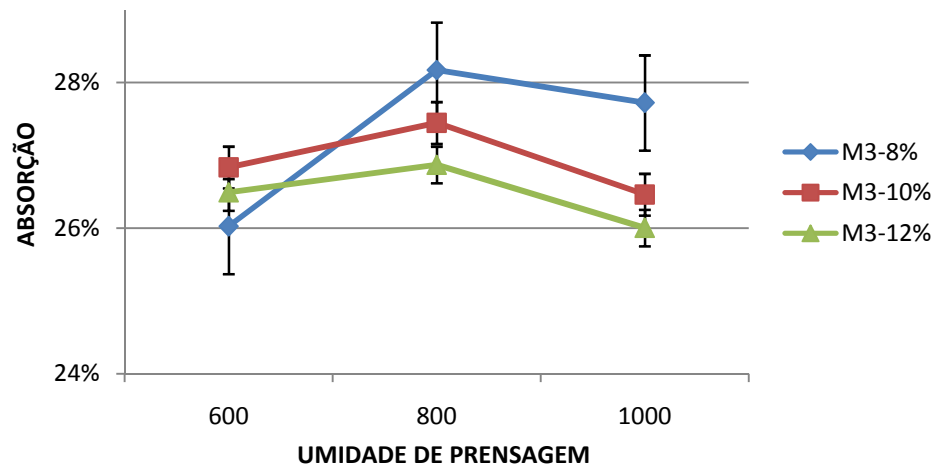


Figura 49: Absorção d'água da mistura M3 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

Na Figura 49, as umidades apresentaram caracter semelhante de comportamento tornando-se, estatisticamente iguais, representando um aumento na proporção de resíduo na amostra de 30% pouco influenciou na umidade de prensagem da mistura.

As Figuras 50 a 52 abaixo apresentam os resultados da resistência das misturas para as diferentes temperaturas de queima.

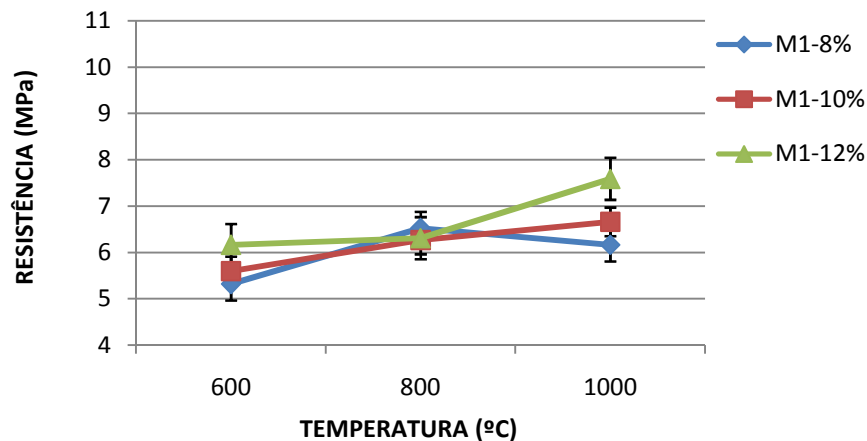


Figura 50: Resistência a compressão da mistura M1 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

A Figura 50 apresenta semelhança no comportamento das amostras ensaiadas com adição de 10% de resíduo na mistura, e um aumento pouco significativo nas temperaturas de queima de 600°C e 800°C, já a 1000°C observa-se uma diferença na umidade de prensagem de 8% e 12%, onde os melhores resultados foram obtidos a 12% de umidade de conformação das peças.

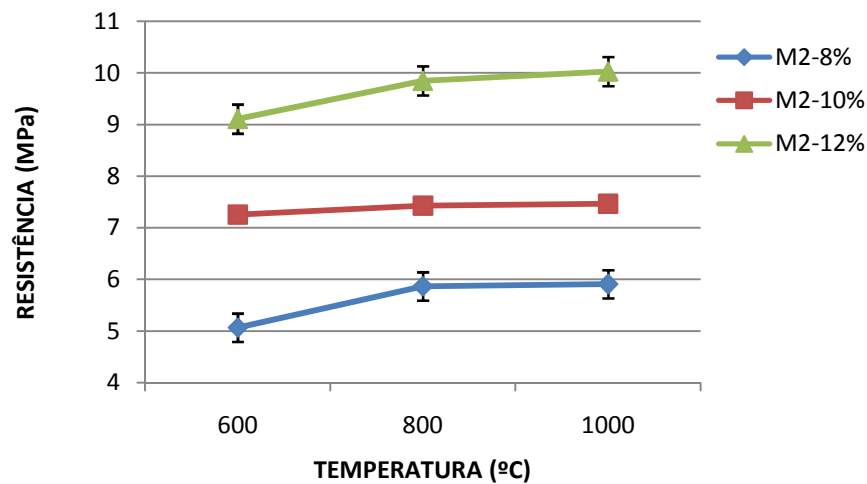


Figura 51: Resistência a compressão da mistura M2 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

Na Figura 51 é observado o aumento da resistência em relação a umidade de prensagem quando adicionados cerca de 20% de resíduo na mistura, encontrado valores na umidade de 12% de 9MPa, 9,8MPa e 10,1MPa na queima a 600°C, 800°C e 1000°C respectivamente.

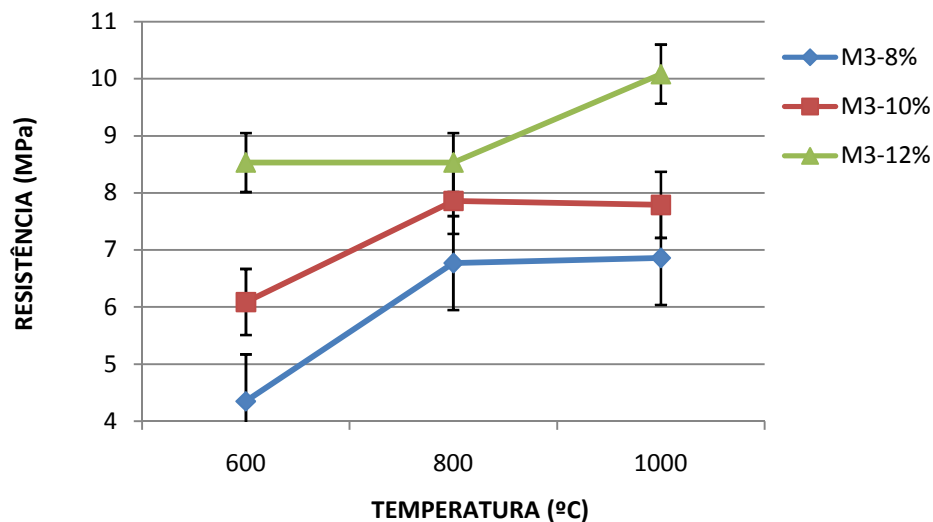


Figura 52: Resistência a compressão da mistura M3 em diferentes temperaturas de queima e umidade de prensagem

A Figura 52, é verificado o aumento da resistência com o aumento da temperatura de queima, porém os valores entre 800°C e 1000°C apresentaram características semelhantes, nas umidades de conformação de 8% e 10%, porém para 12% houve uma melhora na resistência mecânica das peças.

5.6.1 - Densidade

Para avaliar a densidade de misturas com resíduo, a proporção 2:1 (FR:FO) (argila fraca: argila forte), normalmente utilizada na indústria cerâmica da região, fez-se uso do resíduo de granito afim de conhecer a densidade aparente seca dos corpos de prova com alteração da umidade de prensagem e da carga de prensagem. Na Tabela 16 verifica-se as misturas utilizadas.

Tabela 15: Composição das misturas iniciais

	U8%	U12%	U16%
MT1			
MT2		P15T; P100T	
MT3			

MT – misturas; U - umidade; P – carga de prensagem; T=toneladas

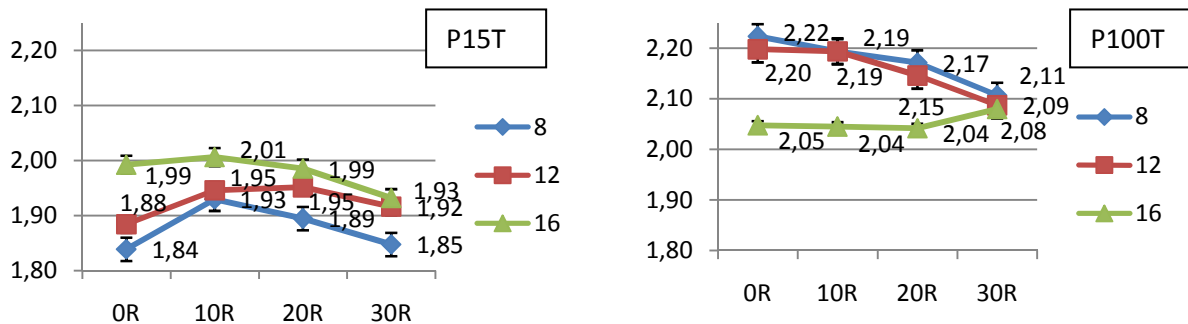


Figura 53: Densidade média dos corpos de prova a 15 toneladas e 100 toneladas

Foram avaliadas as curvas de densidade aparente seco nas diferentes umidade de prensagem, e em diferente cargas de compressão. As curvas P15T foram avaliadas segundo Análise de Variância para verificar se existe diferença para um $p=0.05$. Foi verificado que nestas curvas existiam diferenças estatísticas, para Tukey a 5%. A Tabela 17 são apresentados os resultados da ANOVA, e os resultados pelo método de Tukey.

Tabela 16: Análise de Variância das composição das misturas iniciais

RESUMO				
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
8	5	9,515401	1,90308	0,002186
12	5	9,61116	1,922232	0,006986
16	5	10,10627	2,021253	0,000109

ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,040228	2	0,020114	6,501186	0,012224	3,885294
Dentro dos grupos	0,037127	12	0,003094			
Total	0,077355	14				

	IGUAIS	DIFERENTES
0R	8% e 12%	16%
10R	12% e 16%	8%
20R	12% e 16%	8%
30R	12% e 16%	8%

Observa-se que a umidade de prensagem a 8% e 12% são iguais estatisticamente, porém diferente a 16%. As demais misturas apresentaram umidades de prensagem iguais com 12% e 16%. Como o intuito é avaliar a introdução do resíduo, foi desprezada a avaliação 0R. A escolha da umidade ideal de prensagem necessita da avaliação da densidade, pois uma maior densificação do material proporciona uma melhor conformação dos grãos, resultando em características físicas mais adequadas. Foi escolhida a umidade de 12% de prensagem pois apresentou melhor desempenho segundo características descritas na metodologia.

Análise dos modelos

Para a determinação das superfícies de respostas foram utilizados três modelos numéricos: Modelo linear (3 pontos), modelo quadrático (6 pontos) e modelo cúbico especial (7 pontos).

Para todos os modelos avaliados, as respostas experimentais analisadas foram: absorção d'água e resistência à compressão, segundo o método de ensaio da NBR 15270.

5.7– Microestrutura das Composições

As Figuras abaixo mostram as superfícies de fratura dos materiais envolvidos na pesquisa. Nas Figura 54 e 55 são apresentadas as microestrutura do resíduo queimado a 850°C e a 1050°C respectivamente.

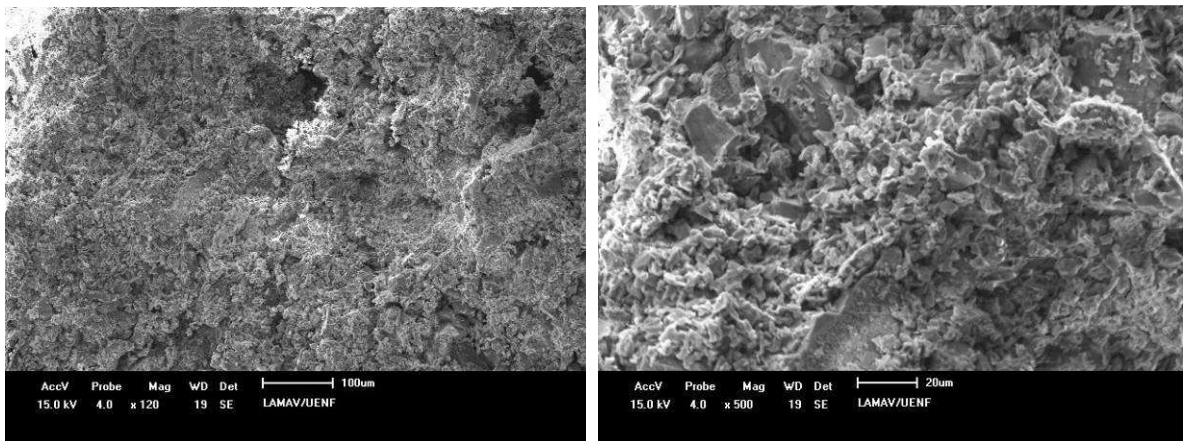


Figura 54:Resíduo queimado a 850°C

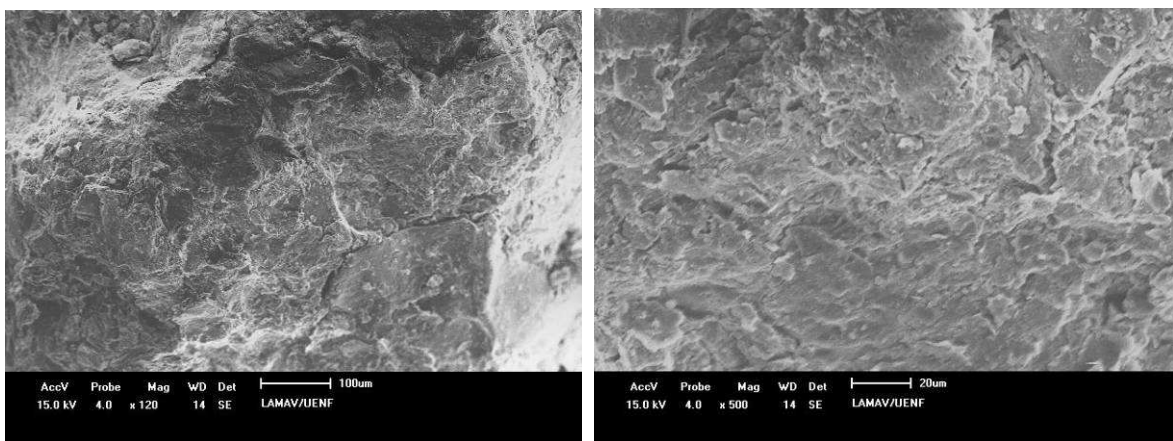


Figura 55:Resíduo queimado a 1050°C

Observa-se na Figura 54 a superfície altamente porosa, diminuída sensivelmente na Figura 55, onde está foi queimada a 1050°C, mostrando a formação de mais fase líquida nesta etapa que a anterior.

Nas Figuras 56 e 57 observa-se a microestrutura da argila Forte de Campos dos Goytacazes, queimada a 850°C e 1050°C respectivamente.

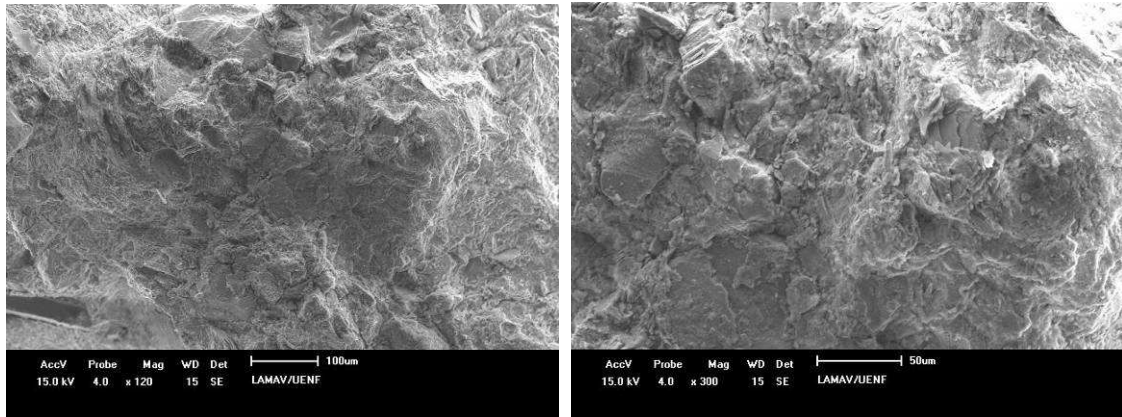


Figura 56: Argila Forte queimada a 850°C

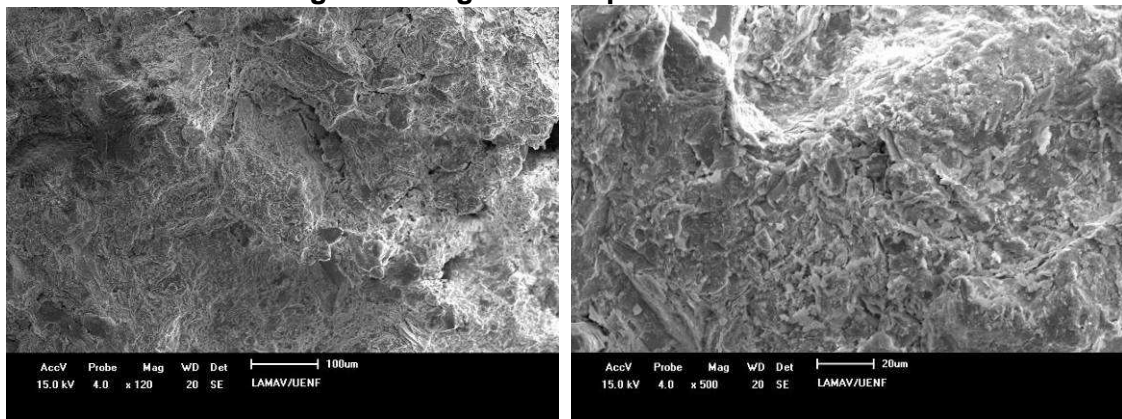


Figura 57: Argila Forte queimada a 1050°C

Observa-se nas figuras as superfícies de fratura, porosa lamelar da matriz aluminossilicato. A interconectividade da porosidade é uma característica da cerâmica argilosa.

Nas figuras 58 e 59 verifica-se respectivamente a Argila Fraca queimada a 850°C e a 1050°C.

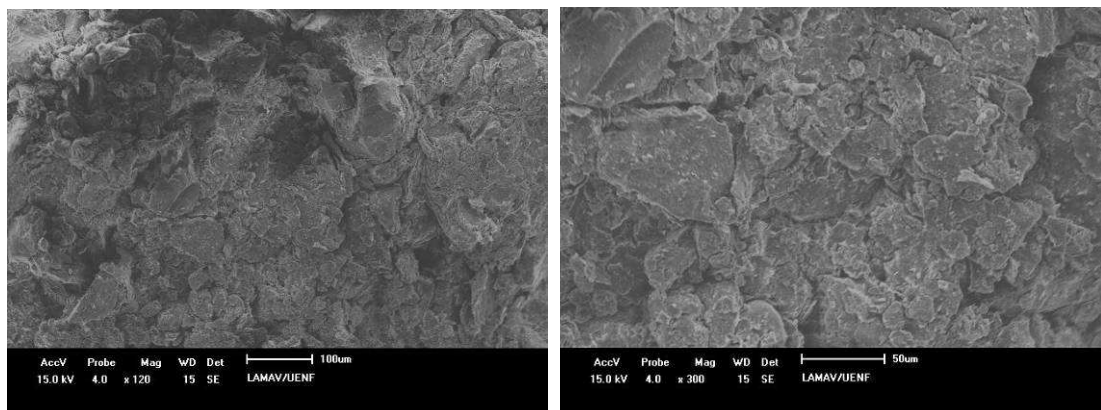


Figura 58: Argila Fraca queimada a 850°C

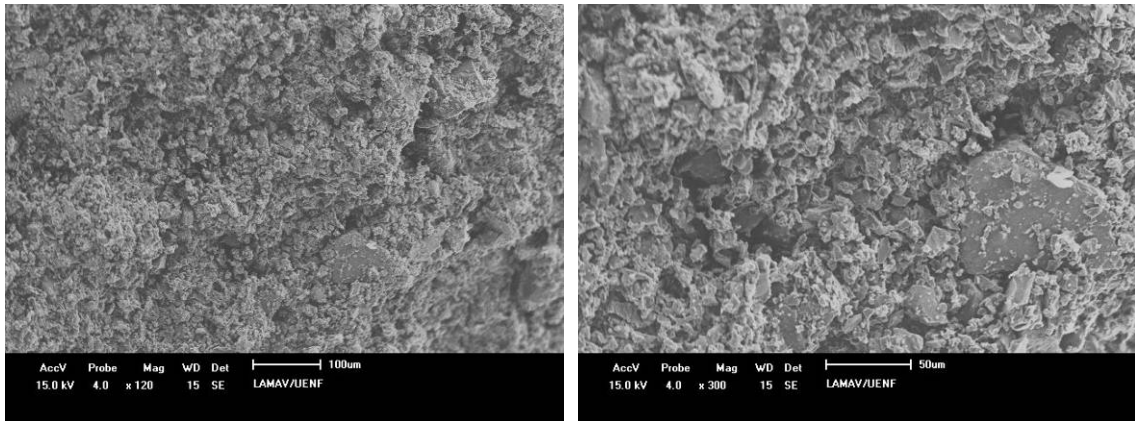


Figura 59: Argila Fraca queimada a 1050°C

A Argila Fraca, tem como característica a refratariedade comum nas argilas de Campos dos Goytacazes, o que dificulta a redução da porosidade e a fase líquida formada não é suficiente para eliminar a porosidade aberta, sendo está muito porosa, como demonstrado nas figuras.

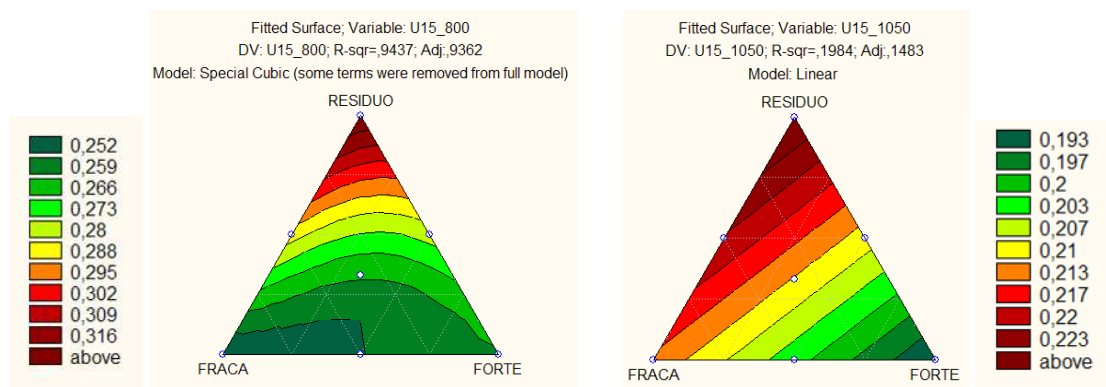
Definição das áreas segundo o Simplex

Após o estudo dos modelos definiu-se as melhores superfícies de resposta, apresentadas abaixo. No anexo A1 encontram-se todas as interações avaliadas nas misturas. Abaixo os resultados encontrados.

Prensagem de 15T

Absorção d'água

A figura 60–a representa a superfície para queima a 850°C sendo o modelo cubico o que melhor se ajustou e a figura 60-b para queima a 1050°C, e o modelo quadrático foi o melhor ajuste



a) queima 850°C

b) queima 1050°C

Figura 60: Absorção d'água: melhores superfícies de resposta

Observa-se que a temperatura de queima muda as propriedades da absorção d'água onde para a queima a 850°C os melhores resultados foram obtidos para a argila fraca, enquanto na queima a 1050°C os melhores resultados foram para a argila forte.

Compressão

A figura 61-a apresenta a superfície para queima a 850°C sendo o modelo quadrático o que melhor se ajustou e a figura 61-b para queima a 1050°C, também o melhor ajuste foi o modelo quadrático.

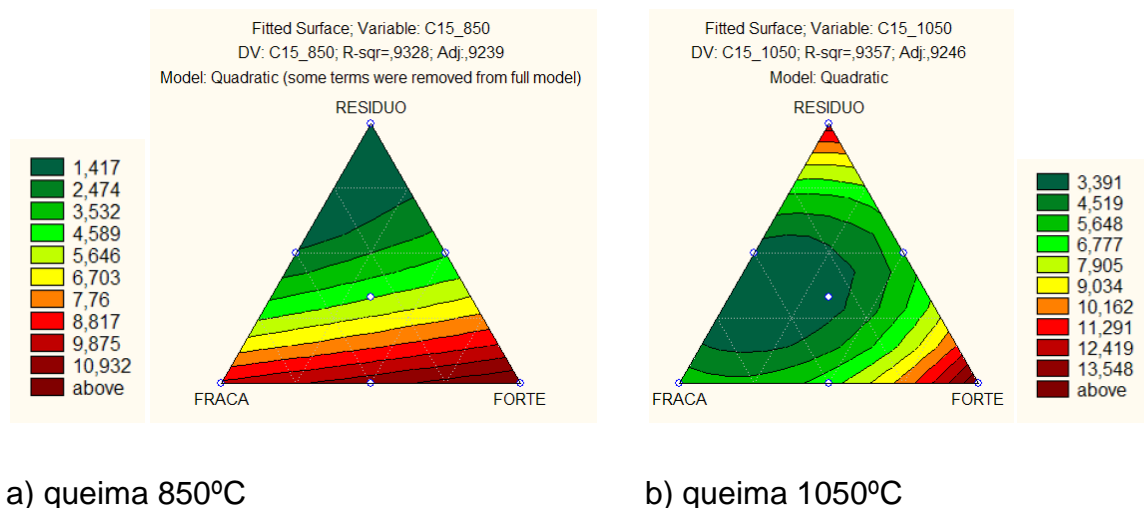
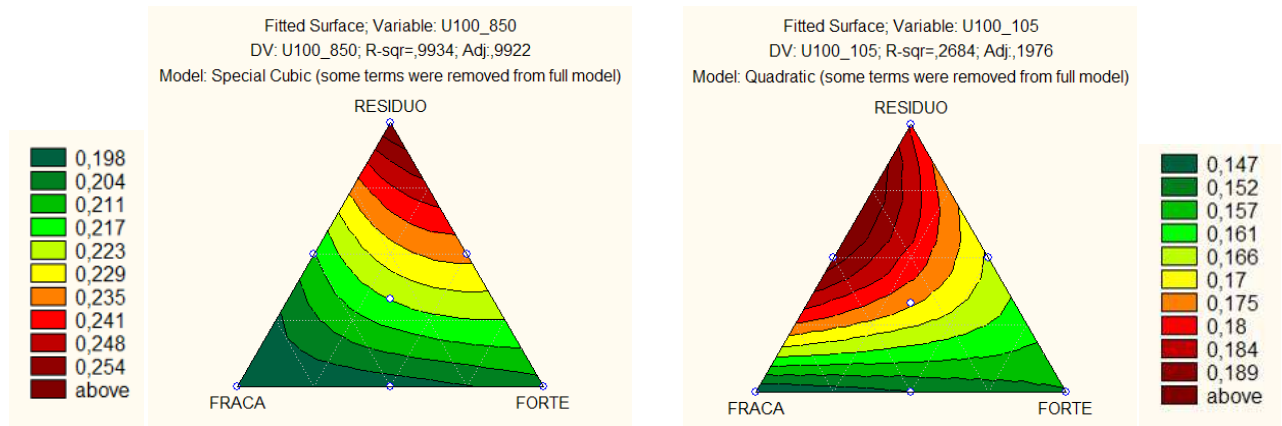


Figura 61: Compressão: melhores superfícies de resposta

Observa-se que os resultados apresentados em vermelho como os melhores obtidos na superfície, sendo que na queima a 850°C o uso do resíduo pouco influenciou, na constituição desta característica quando comparado com os outros pontos, porém, observa-se valores com adições do resíduo bastante satisfatório como valores na faixa de 4,5MPa a 6,7MPa. A queima a 1050°C, apresentou valores diferentes dos apresetados na queima a 850°C, porém quando comparado as duas figuras, os resultados na queima a 1050°C foi superior em todos os pontos da superfície, com resultados mínimos de 3.39MPa aproximadamente.

Absorção d'água

Na figura 62–a são apresentadas as superfícies para queima de 850°C e sendo o modelo cubico o que melhor se ajustou e a figura 62-b para queima a 1050°C, e o modelo quadrático foi o melhor ajuste



a) queima 850°C

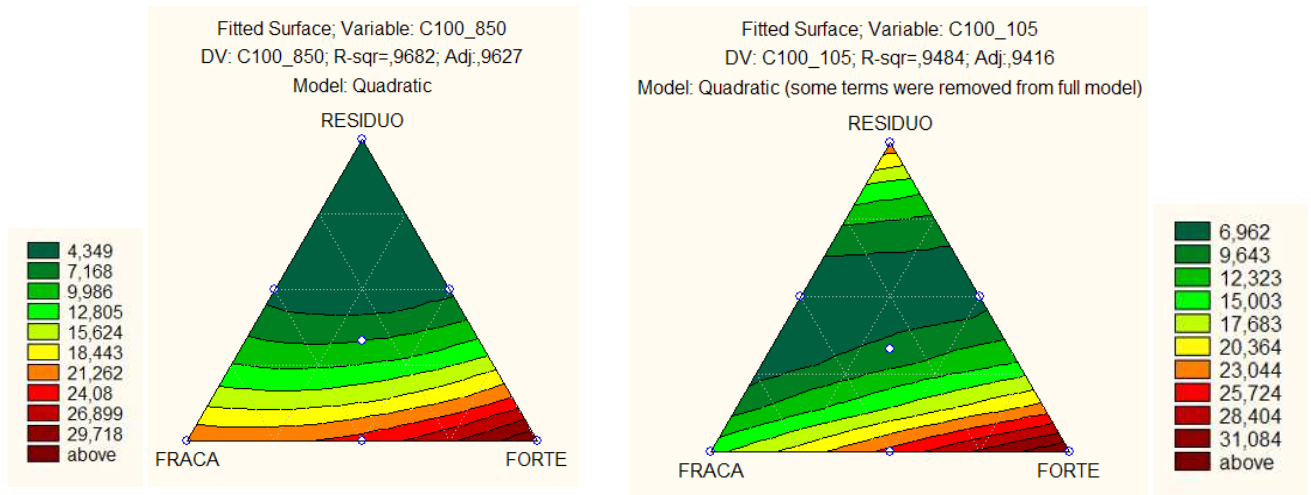
b) queima 1050°C

Figura 62: Absorção d'água: melhores superfícies de resposta

Observa-se nas figuras 62-a e 62-b prensados a uma força representativa de compactação de 100T, que os resultados foram satisfatórios nas duas superfícies, porém observa-se valores elevados em vermelho quando estão mais próximos do resíduo, portanto porcentagem muito elevadas de resíduos na massa aumentariam a absorção d'água.

Compressão

A figura 63–a apresenta a superfície para queima a 850°C sendo o modelo quadrático o que melhor se ajustou e a figura 63-b para queima a 1050°C, também o melhor ajuste foi o modelo quadrático.



a) queima 850°C

b) queima 1050°C

Figura 63: Compressão: melhores superfícies de resposta

Observa-se que os valores de compressão em MPa das duas figuras, comportam-se com igualdade, porém quando se tem um aumento muito elevado de resíduo na mistura, a resistência decresce, mesmo assim acompanhada de ótimos resultados quando comparadas com os valores estabelecidos pela NBR 15270.

5.8 – Modelos experimentais

A partir dos modelos matemáticos definiu-se modelos para serem fabricados industrialmente afim de compará-los com os resultados encontrados nas superfícies de resposta. Foram confeccionados cerca de 60 blocos com e sem adições de resíduos segundo os modelos, seguindo as proporções estabelecidas pelas superfícies. Comercialmente a presagem a 15T é uma realidade, porém a prensagem a 100T ainda não disponível no mercado não será possível de ser avaliada, portanto os blocos confeccionados foram testados em uma prensa com capacidade de compactar a uma força de 15 toneladas. Na Figura 64 observa-se o bloco sendo prensado na máquina.



Figura 64:Ensaio do bloco cerâmico

Os modelos analisados experimentalmente seguem os critérios estabelecidos pelo modelo cúbico para a temperatura a 850°C e 1050°C o modelo linear como demonstrado nas Figura 64.

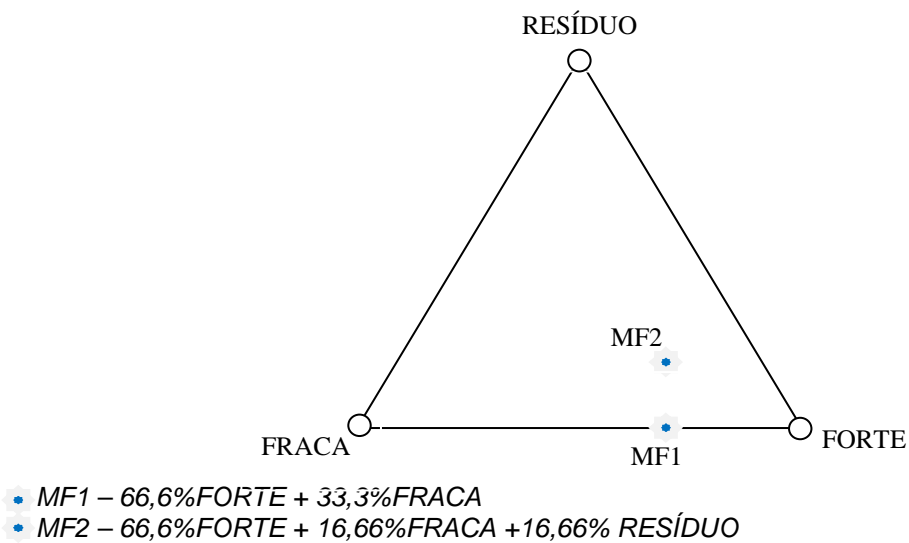


Figura 65:Traços experimentais

A obtenção dos traços avaliados seguem a Figura 65, onde prevaleceu avaliar uma mistura com resíduo e uma mistura sem resíduo. Os traços finais servem para avaliar o modelo utilizado pelo simplex e a peça industrial quanto aos parâmetros pré-estabelecidos.

5.8.1 - Microestruturas das Misturas MF1 e MF2

Na Figura 66 apresenta-se a superfície de fratura da mistura MF1 queimadas a 850°C.

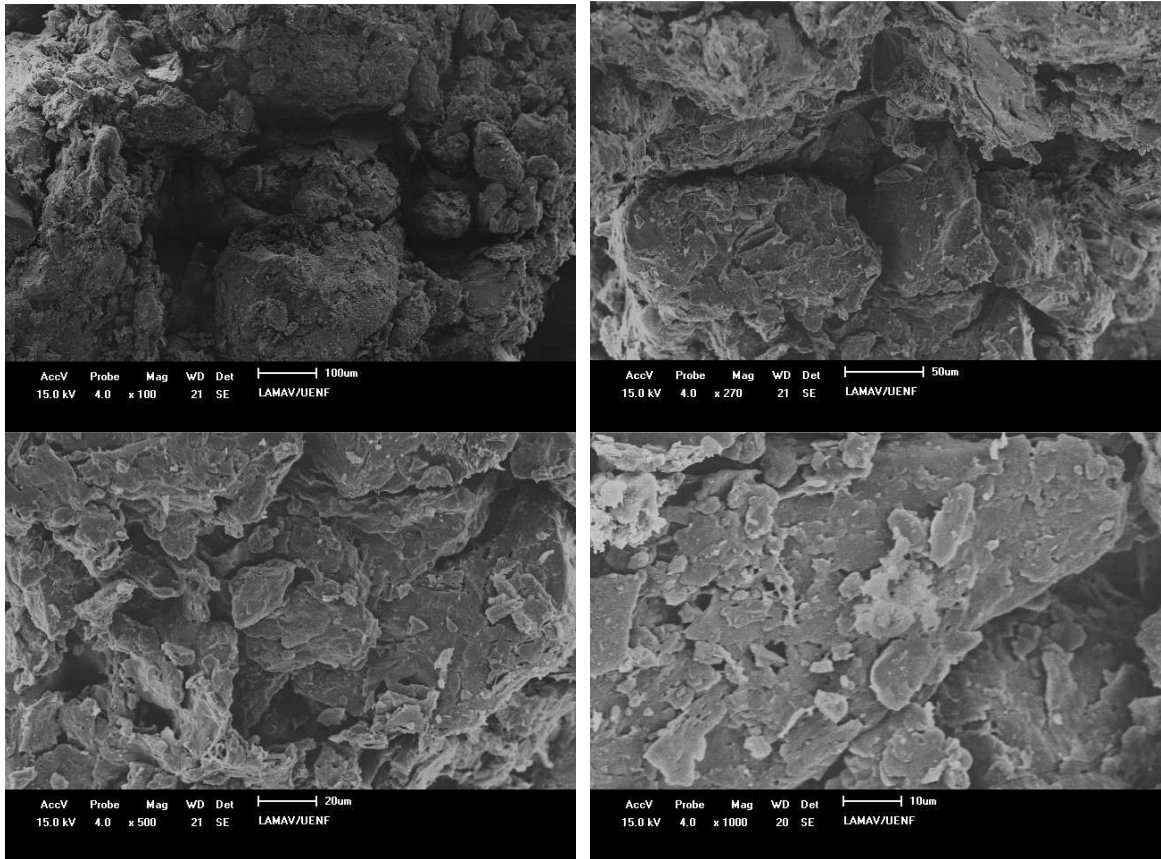


Figura 66:Micrografias obtidas por MEV da superfície de fratura MF1 queimada a 850°C

A mistura MF1 formada por 66,6% de argila forte e 33,3% de argila fraca, apresentou-se porosa já que a 850°C há consolidação da fase líquida, principal mecanismo para a consolidação microestrutural da cerâmica argilosa, ainda não foi suficiente para eliminar a porosidade aberta. Além disso o carácter refratário das argilas de Campos dos Goytacazes dificulta ainda mais a redução da porosidade.

Na figura 67 observa-se a micrografia da mistura MF2 a qual representa 66,6% de argila forte, 16,6% de argila fraca e 16,6% de resíduo de granito.

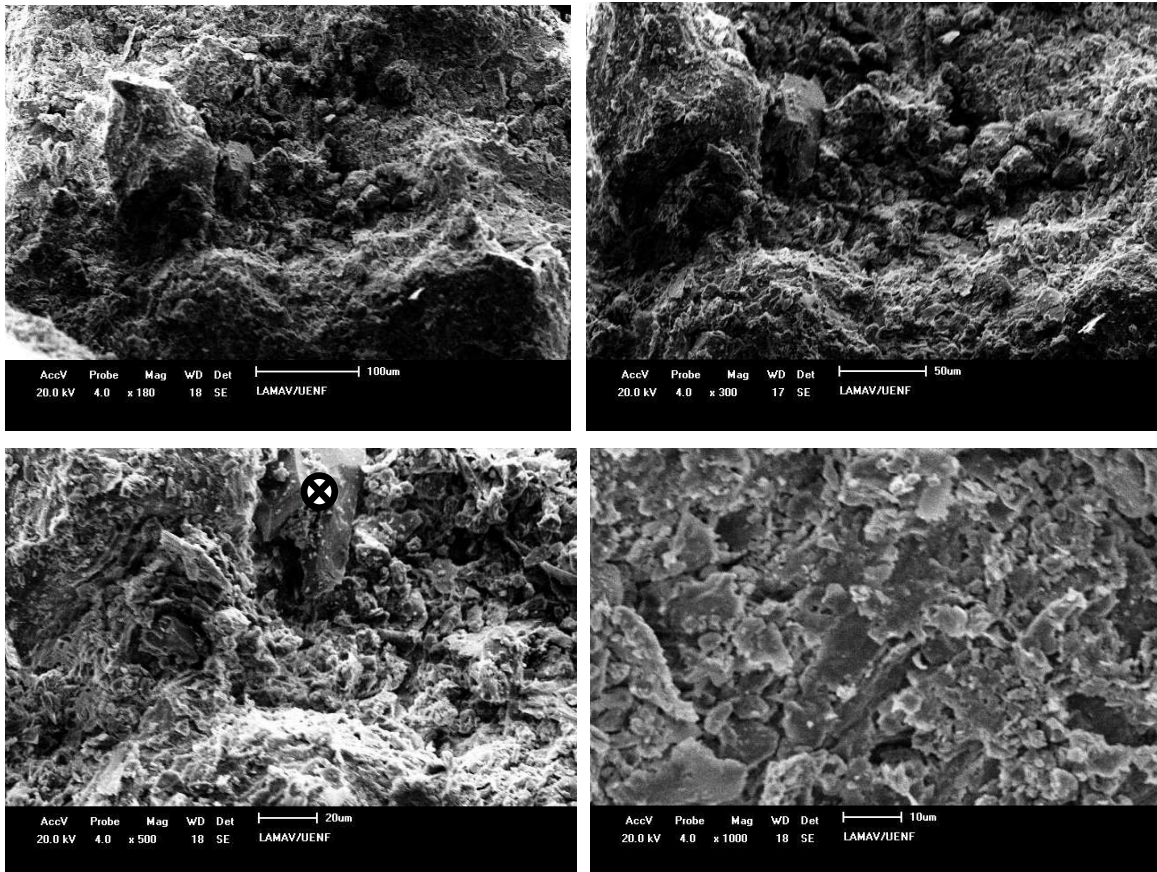


Figura 67: Micrografias obtidas por MEV da superfície de fratura MF2 queimada a 850°C

A Figura 67 observa-se uma superfície mais densa que a anterior, devido a presença do resíduo de granito, já que este possui característica fundente, na mistura. O ponto marcado na figura 67-c foi avaliado pelo EDX pontual apresentado na figura 66 abaixo, o que demonstra a presença de quartzo.

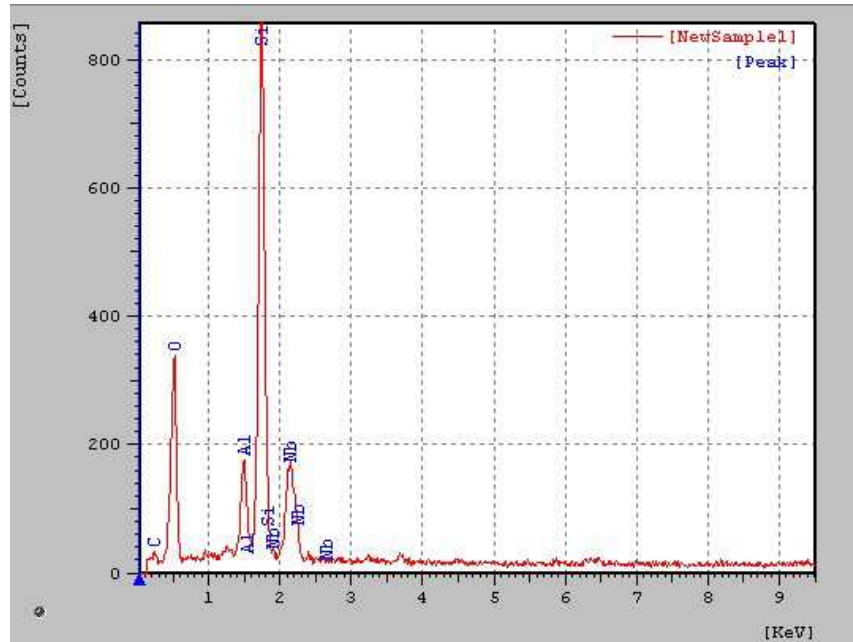


Figura 68:EDX da amostra

5.8.2– Resistência Mecânica

Na Figura 69 são apresentados os resultados da compressão mecânica dos blocos, queimados a 850°C e a 1050°C.

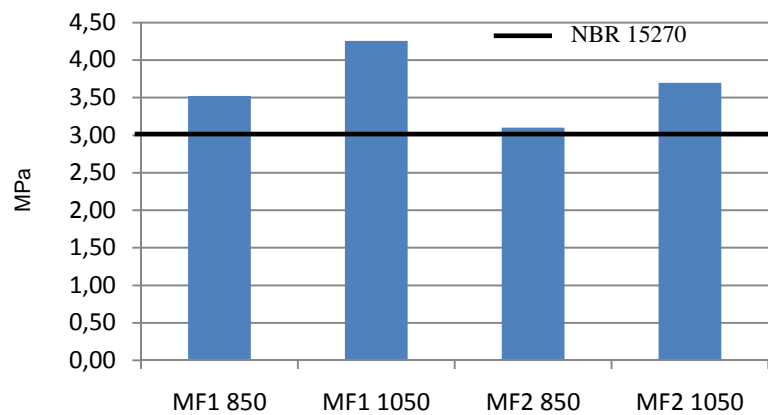


Figura 69:Compressão

Observa-se um aumento da resistência à compressão com o aumento da temperatura, e que todos os casos atingiram o mínimo exigido pela NBR 15270.

Tabela 17: Valores esperados e observados da compressão

Parâmetro	Valor Esperado*	Valor médio observado	% diferença
MF1 850	9,27 MPa	3,52 MPa	62,20%
MF1 1050	5,37 MPa	4,25 MPa	20,85%

MF2 850	6,54 MPa	3,10 MPa	52,60%
MF2 1050	4,81 MPa	3,70 MPa	23,08%

*expressões dos parâmetros esperados segundo Simplex

$$T=850^{\circ}\text{C} = \hat{y} = +9,40*(\text{FRACA})+12,33*(\text{FORTE})+0,56*(\text{RESIDUO})-4,81*(\text{FRACA})*(\text{FORTE})-$$

$$15,26*(\text{FRACA})*(\text{RESIDUO})-13,60*(\text{FORTE})*(\text{RESIDUO}) +39,89*(\text{FRACA})*(\text{FORTE})*(\text{RESIDUO})$$

$$T=1050^{\circ}\text{C} = \hat{y} = +2,62*(\text{FRACA})+10,97*(\text{FORTE})+7,49*(\text{RESIDUO})$$

Os valores acima mencionados na tabela 18 demonstram uma diferença entre os valores esperados (VE) obtidos no simplex e o valor observado (VO), sendo uma diferença de 62,2% para a miatura MF1 quando queimados a 850°C e de 20,85% para 1050°C, já na mistura MF2 a 850°C uma diferença de 52,60% e quando queimado a 1050°C a diferença é de 23,08%. Essa diferença de resultados indica uma diferença também na prensagem, a qual será abordada.

5.8.3– Absorção

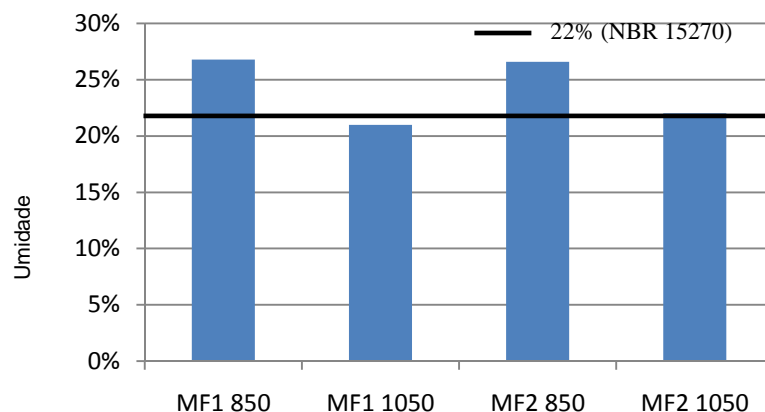


Figura 70: Absorção

Na Figura 70 verifica-se o resultado da absorção d'água mecânica dos blocos, queimados a 850°C e a 1050°C. Observa-se que o aumento da temperatura faz com que a umidade diminua e somente os blocos queimados a 1050°C atingiram o máximo permitido pela NBR 15270.

Tabela 18: Valores observados e esperados da absorção d'água

Parâmetro	Valor Esperado*	Valor médio observado	% diferença
MF1 850	24,75%	26,80%	7,65%
MF1 1050	20,37%	21,00%	3,00%
MF2 850	25,21%	26,60%	3,77%
MF2 1050	21,05%	22,00%	4,32%

*expressões dos parâmetros esperados segundo Simplex

$$T=850^{\circ}\text{C} = \hat{y}=0,244*(\text{FRACA})+0,257*(\text{FORTE})+0,324*(\text{RESÍDUO})-0,0056(\text{FRACA})*(\text{RESÍDUO})-0,058(\text{FORTE})*(\text{RESÍDUO})-0,25(\text{FRACA})*(\text{FORTE})*(\text{RESÍDUO})$$

$$T=1050^{\circ}\text{C} = \hat{y}= 0,212*(\text{FRACA})+0,189*(\text{FORTE})+0,227*(\text{RESÍDUO})$$

Os valores apresentados na tabela 19 demonstram uma diferença entre os valores esperados (VE) obtidos no simplex e o valor observado (VO), sendo está diferença em termos percentuais de 7.65% quando queimados a 850°C e de 3,00% para 1050°C, já na mistura MF2 a 850°C uma diferença de 3,77% e quando queimado a 1050°C a difereça é de 4,32%.

5.8.4– Densidade a seco e após-queima

A diferença dos resultados encontrados na compressão e na absorção d'água, devem-se a uma possível diferença na carga de compressão, a qual foi avaliada no estudo da densidade a seco e após queima. Na Figura 71 verifica-se a superfície de resposta da densidade aparente seca esperada nas peças, calculada método simplex. Através dessa análise obtemos os valores esperados (VE) para as amostras ensaiadas, e a comparamos com os valores observados (VO). Obtemos pelo método do cúbico especial, a figura abaixo para a prensagem de 15T.

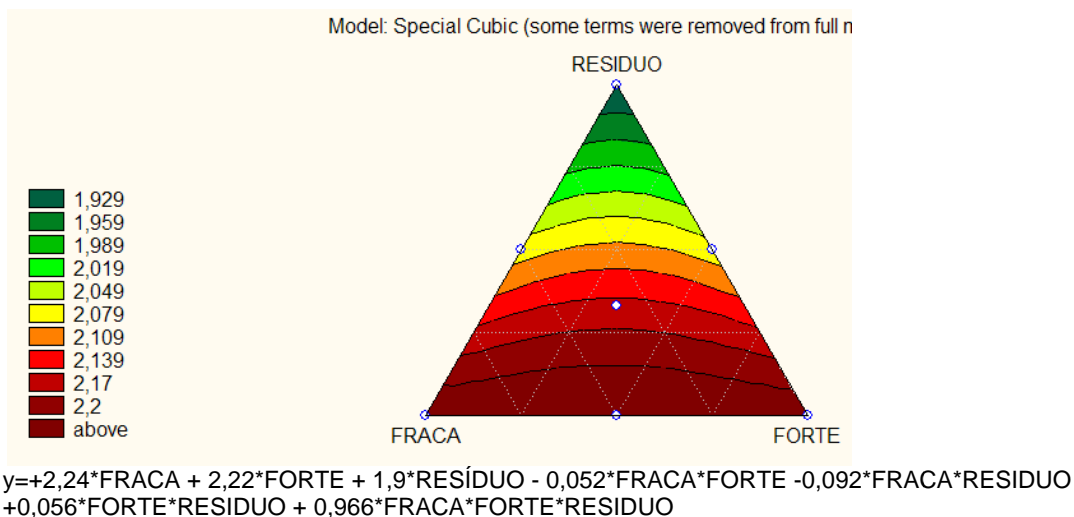


Figura 71:Densidade da peça úmida para prensagem de 15T (g/cm³)

Observa-se na Figura 71, indica que compactação é mais eficiente quanto mais equilibrado for a relação de argila forte e argila fraca. A Tabela 20 apresenta os valores esperados pelo simplex na prensagem de 15T, onde o melhor resultado foi dado por cúbico especial apresentado pelas equações abaixo. A diferença na

resistência e absorção pode ser explicada pela diferença encontrada pela análise experimental e numérica. Foram avaliados também os valores encontrados nos blocos (VO)

Tabela 19: Valores esperados e observados da densidade

Parâmetro	Densidade aparente seca		Densidade aparente pós-queima	
	VE* (g/cm ³)	VO (g/cm ³)	VE* (g/cm ³)	VO (g/cm ³)
MF1 850	2,20	1,71±0,05	1,77	1,57±0,03
MF1 1050			1,78	1,67±0,04
MF2 850	2,18	1,73±0,03	1,63	1,56±0,02
MF2 1050			2,11	1,67±0,04

VE=valor esperado, VO=valor observado

*expressões dos parâmetros esperados segundo Simplex

T=850°C=

$$\hat{y}=0,24*(FRACA)+0,26*(FORTE)+0,65*(RESÍDUO)+6,91*(FRACA)*(FORTE)+5,74*(FRACA)*(RESÍDUO)+5,19*(FORTE)*(RESÍDUO)-12,12*(FRACA)*(FORTE)*(RESÍDUO)$$

T=1050°C= 0,21*(FRACO)+0,19*(FORTE)+0,58*(RESÍDUO)+7,17*(FRACO)*(FORTE)+

6,0*(FRACO)*(RESÍDUO)+ 5,43*(FORTE)*(RESÍDUO) -11,95*(FRACO)*(FORTE)*(RESÍDUO)

Como é observado na tabela anterior, há diferença entre os valores observados e os valores esperados. Essa variação pode ser explicada avaliando a densidade em relação ao carregamento, pois segundo (Paula *et al*, 1997) a densidade aparente do composto é dada pela razão entre a massa e o volume do mesmo, como a massa permanece a mesma durante a compactação, a única forma de se aumentar a densidade é através da redução do volume. Devido aos diferentes valores encontrados nas densidades, absorção d'água e resistência mecânica foi realizado um ensaio de avaliação da densidade para diferentes carregamentos em uma mesma amostra com a mesma umidade de prensagem dos blocos.

O resíduo introduzido na mistura aumentou com pouca significância a densidade aparente seca da peça.

Albero (2000), fez um estudo amplo dos mecanismos de prensagem industrial de massas cerâmicas, quanto ao preenchimento a cavidade, compactação da massa e extração da peça, neste estudo ele demonstrou que a umidade de prensagem, a granulometria da amostra influenciavam na densidade da peça. A densidade segundo o autor dependia da facilidade com que os grânulos se deformam plasticamente, ou seja, da sua plasticidade, e a umidade na amostra era responsável lubrificação das partículas, as quais escorregam umas sobre as outras. Ao aumentar a pressão aumenta-se a deformação conseqüentemente aumenta-se a densidade. Como a prensagem industrial, o molde é preenchido automaticamente e

a prensa possui um fuso de rotação, onde a compressão da máquina é interrompida quando atinge uma determinada altura, afim de manter peças com dimensões idênticas. Por esse fato, a carga real a qual esperava-se que fosse de 15 t para a amostra produzida industrialmente de fato não foi alcançada.

Para a avaliação da carga da prensagem industrial, foi utilizado um ensaio de compressão (Figura 72) abaixo apresenta a montagem do experimento, o qual foi utilizado o mesmo molde da avaliação experimental para coleta dos dados aplicados no simplex. A principal intenção desse ensaio é verificar o comportamento da densidade de cada mistura, afim de encontrar o carregamento aplicado nos valores observados. Fez-se a introdução de uma massa, a qual não se altera e com a aplicação da carga, é medido o deslocamento da matriz em prensagem uniaxial, e também é avaliado no mesmo instante do deslocamento, qual a carga aplicada. O deslocamento do pistão da matriz de aço, diminui o volume aumentando a densidade da massa fixa, dentro do molde. Faz-se assim a curva abaixo.



Figura 72:Montagem dos equipamentos

A Figura 73 apresenta os resultados encontrados na MF1.

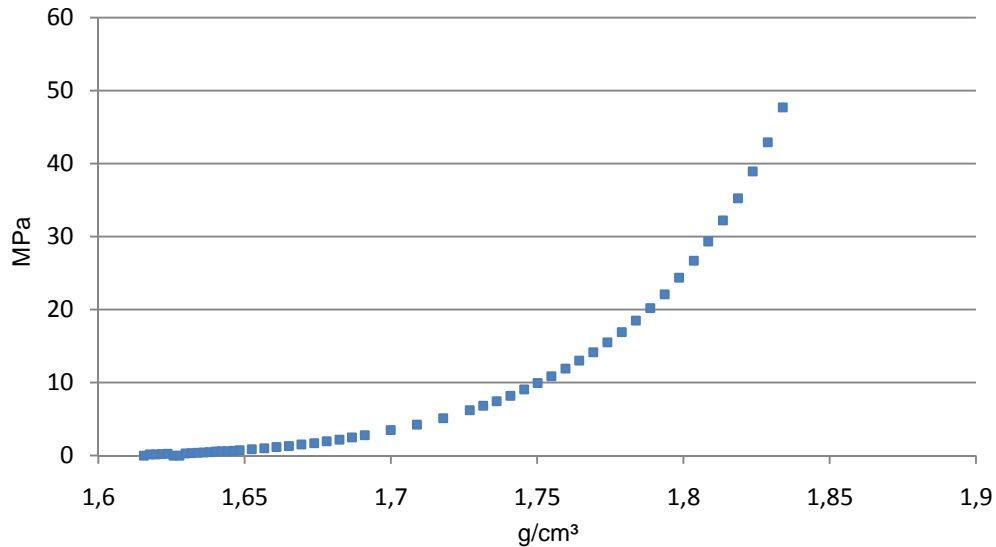


Figura 73:Comportamento da densidade quanto ao carregamento da MF1

Com base nas Figura 73 e 74 observa-se um aumento da densidade com o aumento do carregamento, para uma mesma massa no molde, onde foi aplicado o carregamento e verificado o deslocamento do pistão pela carga aplicada.

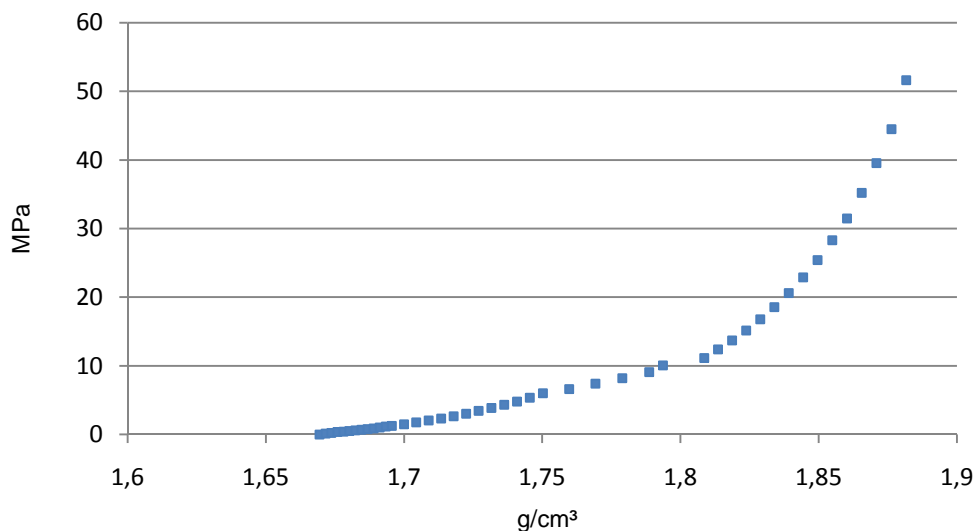


Figura 74:Comportamento da densidade quanto ao carregamento da MF2

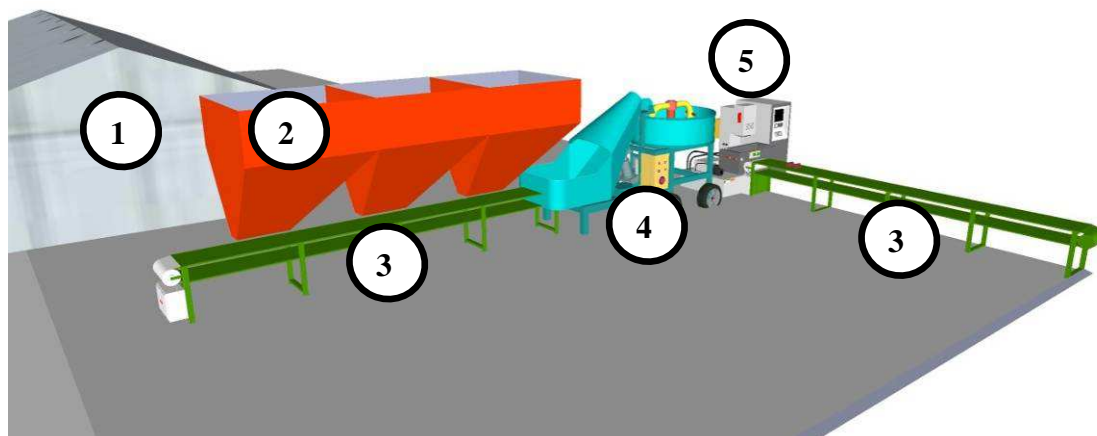
Avaliando as duas figuras, observa-se que a MF2 apresentou melhores resultados de densidade inicial, que a do carregamento MF1, no entanto este não era o objetivo principal deste ensaio, mas sim avaliar perante os resultados qual foi a possível carga aplicada nos blocos experimentais industriais, para as duas misturas. Os resultados encontrados para as cargas foram de 7781,0 kg para MF1, e 5881,7kg para MF2, valores diferentes aos 15000 quilos previstos no carregamento utilizado na fase experimental. Como as massas são diferentes porém a umidade é a mesma, a diferença na carga aplicada se deve a entrada de proporções diferenciadas nas

misturas. Segundo Albero (2000), para que distribuição de massa flua bem sob o efeito das forças gravitacionais ela dependerá da fluidez da massa, onde ainda autor, a fluidez são: distribuição granulométrica, a forma, a textura superficial dos grânulos e também a aderência apresentada pelos grânulos entre si.

Comparado com as observação encontradas por REED (1998), o material se encontra na Região II de compressão.

5.8.5 – Processo de fabricação e Análise de custos

Na Figura 75, é apresentado um modelo de layout dos equipamentos com a descrição do processo de fabricação dos blocos prensados.



1 – Estufa de secagem, 2 – Silos de dosagem, 3 – Esteiras transportadoras, 4 – Misturador e homogeneizador, 5 – Prensa Hidráulica.

Figura 75:Modelo industrial

O material é seco em estufa (1), posteriormente é triturado e levado aos silos de armazenagem e dosagem (2). Os silos um total de três, pois cada um armazena um material diferente: Argila Forte (FR), Argila Forte (FO) e Resíduo. É feita a dosagem correta e o material é levado por uma esteira transportadora (3) até o misturador (4). Neste ponto é adicionado a quantidade ideal de água para ser prensado (prensa hidráulica) (5). Posterior o material é levado para outra estufa onde permanecerá até ficar com características ideais para ser queimado.

Os custos de fabricação dos blocos de uma industria são apresentados na Tabela 20, desconsiderando número de funcionários custos operacionais e considerando uma fabricação de 50 mil peças por mês, para a mistura que incorporou 16,6% de resíduo, na massa. Estão incluídos impostos simulando uma

empresa inscrita no Simples Nacional (sistema de tributação diferenciada). Também, estão incluídos custos de secagem, armazenamento, movimentação e trituração dos materiais.

Tabela 20: Descrição dos equipamentos, materiais e custos de fabricação

EQUIPAMENTOS			
MÁQUINAS	QUANTIDADE	CUSTO UNITÁRIO	CUSTO
ESTUFA (15X30)m	2	R\$ 3.500,00	R\$ 7.000,00
SILOS	3	R\$ 4.000,00	R\$ 12.000,00
ESTEIRA	2	R\$ 2.500,00	R\$ 5.000,00
PRENSA	1	R\$ 75.000,00	R\$ 75.000,00
MISTURADOR	1	R\$ 35.000,00	R\$ 35.000,00
CUSTO MONTAGEM	1	R\$ 9.000,00	R\$ 9.000,00
			R\$ 143.000,00
MATERIAIS			
MISTURA	CIMENTO	AREIA	RESÍDUO
%	66,6%	16,7%	16,7%
CUSTO MATERIAL R\$/t	13,00	11,00	20,00
CUSTO DE MOVIMENTAÇÃO R\$/t	6,00	6,00	4,44
CUSTO DA SECAGEM R\$/t	9,00	9,00	3,00
CUSTO DA TRITURAÇÃO R\$/t	4,00	4,00	3,00
R\$/t	R\$ 32,00	R\$ 30,00	R\$ 30,44
R\$/kg	R\$ 0,0320	R\$ 0,0300	R\$ 0,0304
% DESPERDÍCIO	3%	3%	10%
R\$/kg	R\$ 0,0330	R\$ 0,0309	R\$ 0,0335
R\$/kg C/ REDUÇÃO ICMS	R\$ 0,0275	R\$ 0,0273	R\$ 0,0335
PESO BLOCO COMUM (KG)	2,3		
REPRESENTAÇÃO DO CUSTO (MATERIAL)	64,36%	16,01%	19,63%
VALOR 1 BLOCO	R\$ 0,066		
DEPRECIAÇÃO	R\$ 0,048		
VALOR TOTAL	R\$ 0,113		
VALOR DO MILHEIRO	R\$ 113,2		

O valor de R\$ 113,20 é referente ao custo do milheiro sem incluir o custo da queima e movimentação dos blocos antes e após a queima. O valor da depreciação é calculado avaliando 5 anos de uso dos equipamentos.

5.8.6 - Considerações Finais

Neste capítulo, procurou-se estudar o comportamento das misturas entre o material cerâmico e o resíduo de granito, para as diferentes formulações a partir de dados obtidos experimentalmente e analisados através do simplex, onde os corpos de prova foram ensaiados quanto as características químicas, físicas e ambientais.

O estudo do teor de umidade para a mistura dos blocos prensados é de grande importância para o desenvolvimento inicial da pesquisa, pois é ele que indicará na fase inicial se esta umidade interferirá nas características de produção da mistura, quanto a produtividade. A partir de uma faixa de trabalho buscou-se a melhor composição, para enfim avaliar a carga de compressão que as misturas seriam compactadas.

Quanto as cargas utilizadas no estudo, procurou-se avaliar mediante ao encontrado no mercado, máquinas e equipamentos utilizadas para fins industriais. Deste estudo observou-se que o comportamento das cargas não somente dependiam da carga envolvida na fase de compactação, mas também da compacidade da mistura, de sua granulometria e fluidez. Daí foi avaliado sua densidade afim de verificar tais questionamentos surgidos no trabalho.

O programa experimental utilizado foi uma grande ferramenta para o estudo das misturas, minimizando o número de corpos de prova ensaiados e fazendo interações estatísticas complexas.

O resíduo é um material que pode ser adicionado na mistura, o que melhoraria o desempenho mecânico da peça, além de diminuir os efeitos dos impactos ambientais tanto da extração da argila utilizada na região, quanto o resíduo de granito que é depositado sem qualquer fim definido.

CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES

Com base nos resultados observados, pode-se concluir que: é possível a introdução do resíduo de granito da fabricação de blocos cerâmicos prensados que atendem características da NBR 15270

- A absorção ainda é um fator relevante, principalmente para as máquinas industriais encontradas no mercado.
- Para densidades mais elevadas, os materiais possuem um excelente comportamento em suas características físicas.
- A determinação da real carga de compressão está diretamente ligada com a densidade, umidade da mistura e da granulometria, fazendo com que uma maior densidade resulte em materiais com melhores características mecânicas.
- A fluidez da mistura interfere diretamente na ocupação da massa no molde.
- A umidade é um fator importante na constituição da massa. Caso está seja elevada, interferirá na produção, já que o molde constantemente ficará empreguinado com material úmido, e uma umidade muito pequena, dificultará a compressão já que necessitará de cargas muito elevadas para conformação da peça.
- O resíduo de granito pode ser usado na cerâmica, já que possui elementos químicos semelhantes aos encontrados nas argilas da região, e atuam como bons fundentes.
- De acordo com a caracterização realizada, o resíduo de granito estudado é: não tóxico, não corrosivo e não inerte. A forma de pó uniforme, e sua estabilidade térmica, pressupõe sua utilização junto aos materiais cerâmicos.
- Adições do resíduo de granito na mistura, proporcionam estabilidade e redução de custos na extração e produção das peças, agregando valor a um subproduto descartado em muitas vezes inadequadamente no meio ambiente.
- A metodologia mostrou-se eficiente minimizando erros e tempo de análise, fazendo combinações das misturas através de métodos estatísticos.
- As superfícies encontradas pelo simplex possibilitaram avaliações precisas e de interpretações consistentes.
- A umidade das misturas apresentadas pelo simplex é diferenciada pela temperatura de queima, já que quando submetida a 850°C, quanto maior o

percentual de resíduo, mais absorção a peça possui, já na queima a 1050°C, a presença do resíduo melhorou as condições da absorção d'água.

- Em relação à compressão, com base nas misturas apresentadas pelo simplex, observou-se um aumento da resistência quando com proporções menos elevadas de resíduo para queima a 850°C, porém na queima a 1050°C apresentou pontos com elevados valores.
- Avaliando o simplex sobrepondo superfícies foi definido dois pontos os quais o ponto MF2 apresentou cerca de 16% de adição de resíduo de granito, o que é uma proporção muito satisfatória de aproveitamento e resultados encontrados.

Sugestões para trabalhos futuros

Algumas sugestões e recomendações para possíveis trabalhos:

- Utilização de outras composições cerâmicas normalmente encontradas em outras regiões de abrangência econômica do estado.
- Submeter os materiais encontrados na pesquisa a ensaios de degradação, afim de verificar sua características e tempo de vida útil.
- Utilizar novos tipos de resíduos ao material compactado, correlacionando com os resultados encontrados neste trabalho.

CAPÍTULO 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAJO, M. F. (2000). Manual sobre Fabricación de Baldosas, Tejas y Ladrillos. Espanha: Beralmar.

ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) (1987). Placas Cerâmicas para Revestimento Cerâmico – Especificação e Métodos de Ensaio. NBR 13818.

ALBERO, J.L.A. A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O preenchimento da cavidade do Molde. Cerâmica Industrial, 5 (5) Set/Out, p.23-28, 2000.

ALGRANTI, E.; HANDAR, Z.; RIBEIRO, F.S.N.; BOM, A.M.T.; SANTOS, A.M. BEDRIKOW, B. (2004). Exposición a Sílice y Silicosis em Brasil (PNES). Ciência do Trabalho. Capítulo 6 (11) págs 1-13.

AMORÓS, J. L.; BLASCO, A.; ENRIQUE J. E.; BELTRAN, V.; ESCARDINO, A. B., (1982). Variables en la compactación de suportes cerâmicos de pavimento y revestimento. Técnica Cerâmica 105 792-812.

ANFACER. Produção e Consumo Mundiais. Mundo Cerâmico. Ano XII, num 102, p.10-14, Nov/Dez 2004.

Associação Brasileira de Cerâmica (2006). Disponível em: <http://www.abceram.org.br>. Acesso em 21 dez. 2006

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND - ABCP (1985). Fabricação de tijolos de solo-cimento com a utilização de prensa manuais. Publicações ABCP, São Paulo.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND - ABCP (1986). Dosagem das misturas de solo-cimento: normas de dosagem e métodos de ensaio. São Paulo, SP, ABCP, ET-35, 51p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND - ABCP (1987). Solocimento na habitação popular. São Paulo, SP. ABCP, 2.a edição, EC-4, 14p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND - ABCP (2002). Guia básico de utilização do cimento portland. BT-106, 7ª Edição, São Paulo, 28p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1983). Tijolos Maciços para Alvenaria. Especificações. NBR 7170. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1987). Classificação dos Resíduos Sólidos. NBR 10004. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1992). Bloco cerâmico para alvenaria. NBR 7171. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15.270 Componentes Cerâmicos. Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação — Terminologia e requisitos, Parte 2: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural – Terminologia e requisitos e Parte 3: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e de vedação – Métodos de ensaio, Rio de Janeiro, 2005.

BAHIENSE, A. V. (2007). “Incorporação de Resíduo de Rocha Ornamental em Argamassas Utilizando Planejamento de Experimentos em Rede Simplex” Dissertação de Mestrado em Estruturas -Campos dos Goytacazes- RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF.

BARBOSA JR, J. C. Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados. Florianópolis, 1997. 185 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Setor de Tecnologia. Universidade Federal de Santa Catarina.

BLÜCHER, E. (1951). Mecânica dos solos para engenheiros rodoviários – volume I. São Paulo, Blücher.

BUSTAMANTE, G.M.; BRESSIANI, J.C. (2000). A Indústria Cerâmica Brasileira. Revista Cerâmica Industrial. Vol. 5 (3). Maio/junho.

CABRAL, G. L.L. (2005). Metodologia de Produção e Emprego de Agregados de Argila Calcinada para Pavimentação. Dissertação de Mestrado. Rio de Janeiro- RJ. IME – Instituto Militar de Engenharia. 358p.

CALLISTER, W. D. J. (2008). Materials Science and Engineering, 5ª Edição, New York-USA, Editora John Wiley & Sons, Inc. 852p.

CALLISTER, W. D. (2002). Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. Rio de Janeiro: LTC, 589p.

CATTON, M. D. (1940). Research on the physical relations of soil-cement mixtures. Proc. of the Highway Research Board, Washington, Bulletin 20, p. 821-855.

CHIODI FILHO, C. (2001). Situação brasileira do setor de rochas ornamentais. Revista Rochas de Qualidade, Edição 158: págs. 87-106.

COOLBEK, John. (1989). Materiales para el Ceramista. Barcelona: Ediciones CEAC, 1ª. Ed. Española.

CORRÊA, C. Q.; RIVIÈRE, D.; TANJI, I. Complementação dos conhecimentos existentes sobre a prensagem de cerâmicas finas-Relatório 1/3. Instituto de Tecnologia do Paraná, programa RHAÉ - CNPq, Área de Materiais Especiais, Processo Institucional No 610.607/95-2, linha de pesquisa: Processamento de Cerâmicas Finas. Curitiba, julho de 1999.

DESTEFANI, A. Z. (2009). “Utilização do planejamento experimental, na adição do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais para produção de blocos prensados de encaixe”. Dissertação de Mestrado em Estruturas -Campos dos Goytacazes- RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF.

DOMÍNGUEZ, E. A.; ULLMANN R. (1996). "Ecological bricks" made with clays and steel dust pollutants. Applied Clay Science (Elsevier). San Ruan - Argentina. 13p.

DUTRA, RENE GOMES. Custos uma abordagem pratica. 5ª ed. São Paulo: Atlas, 2003.

FARIAS, Carlos Eugênio Gomes (1995). Mercado Nacional. Séries Estudos Econômicos Sobre Rochas, vol. 2, Fortaleza.

FELLENBERG, G. Introdução aos problemas da Poluição ambiental. 2 ed. São Paulo: USP, 1980. 193p.

FERRARI, K. R. et al. Transformação das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimentos cerâmicos. Revista Cerâmica Industrial, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 53-58, mar/abr, 2000.

FERREIRA, A. R., PREZOTTI, J. C. S., OLIVEIRA, F. F. (2007). Desaguamento de lama proveniente de indústrias de beneficiamento de rochas ornamentais. 24º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental..

FERREIRA, H.S.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C.; SILVA, M.C. (2001). Reciclagem de Resíduos Industriais Provenientes de Serragem de Granitos para uso na Composição de Massa para Confecção de Revestimentos Cerâmicos. Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Florianópolis – SC. 12p.

FILGUEIRA, M., Tese de Doutorado, Universidade Estadual do Norte Fluminense, PPGECM-CCT, Campos dos Goytacazes, RJ (2001).

FLOSS, M. F.; THOMÉ, A. (2006). Adição de resíduo proveniente do corte e polimento de rochas basálticas em materiais de cerâmica vermelha. RECIE, Uberlândia, v. 15, n. 1/2, p. 1-7, jan.-dez. 2006

FONSECA, M. G., PAULA, G. R., TEIXEIRA, R. A., MELCHIADES, F. G., BOSHI, A. O. (1999). Anais do 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica , Florianópolis , SC cdrom, ref.2-443.

FREIMAN, S. W. (1996). Science of withewares. Ohio: Westerville. 309p.

FREIRE, W.J. (1976). Tratamento prévio do solo com aditivos químicos e seu efeito sobre a qualidade do solo-cimento. Piracicaba: Universidade de São Paulo - ESALQ, 142p. Tese Doutorado

FREIRE, M. N., SOUZA, S. J. G., SILVA, A. G. P., HOLANDA, J. N. F. (2004). Comportamento de compactação de mix argila/resíduo de pó de pedras Cerâmica 50 p. 50-57

GOMES, U. U., Estudos de Sinteriração, Oxidação Anódica e desenvolvimento de um novo Capacitor Eletrolítico do NbTa. Tese de Doutorado, Instituto de Física, UNICAMP, Campinas, SP (1987).

HOGG, R. Grinding and Mixing of Nonmetallic Powders. Ceramic Bulletin. Vol.60, No.2, p.206-211 (1981).

<http://www.sandia.gov/materials/sciences/factsheets/DevPredCeramPow1.html#TOP> , Agosto 2005.

I. P. Falcão, A. S. Júnior, Anais das Jornadas Ibero-americana de Materiais de Construção, Madri, Espanha (2001) p. 1-9.

IUDICIBUS, SERGIO. Teoria da contabilidade. 5 ed. São Paulo: Atlas, 1997.

KINGERY, W.D., BOWEN H.K., UHLMANN, D.R.(1975). Introduction to Ceramics. 2. ed. New York, NY: John Wiley & Sons.

LEACH, Bernard. (1981). Manual del Ceramista. Barcelona: Editorial H. Blume, 1ª. Ed. Española.

LIMA, T. V. (2006) Estudo da produção de blocos de solo-cimento com matérias-primas do núcleo urbano da cidade de Campos dos Goytacazes – RJ. Tese de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF

LUKASIEWICZ, S. J.; REED, J. S. (1978). Character and compaction response of spray-drier agglomerates. Amer. Ceram. Soc. Bull. 57, 9 (1978) 798-801.

MANSOLDO, C.; PIAZZI, O., (2002). La Lavorazione dei Materiali Lapidari. In: 1° Rapporto sullo Stato dell'Ambiente della Provincia di Verona. Cap.10. Itália.

MENEZES, R.R. *et al.* (2001), Utilização de resíduos industriais da produção de agregados na produção de tijolos e telhas. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 45º, revestimentos cerâmicos, 020. Santa Catarina. CD-ROM.

MARTINS, ELIZEU. Contabilidade de custos. 8º ed. São Paulo: Atlas, 2000.

MATSUMOTO, R. L. K. (1991). Engineered Materials Handbook - Ceramics and Glass, ASM International, USA, 4 128-129.

MENEZES, R.R.; FERREIRA, H.S.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C.; LIRA, H.L. (2002). Utilização de Resíduos da Serragem de Granitos na Fabricação de Blocos Cerâmicos em Escala Piloto. Anais do 46º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Paulo – SP. 10p.

MELLO, R.M.; SANTOS, T.S.; DAVI, C.; PAULA, E. (2004). Utilização do Resíduo Proveniente do Acabamento de Mármore e Granitos como Matéria Prima em Cerâmica Vermelha. Anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Curitiba - PR. 10p.

MELLO, R.M.; GUAITA, J.P.; FAJAN, S. (2005). Análise da Incorporação de Lama de Granito em Cerâmica Estrutural. Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Pedro - SP. 12p.

MELLO, I. S. de C.; CUCHIERATTO, G.; VIDAL, F. W. H.; CONSONI, A. J.; REIS, F. (2006). Aproveitamento dos resíduos sólidos (finos) das serrarias de rochas ornamentais e para revestimento - Parte I. Revista Rochas de Qualidade, São Paulo, v. 186, p. 186-199.

MERCADO, M. C. (1990). Solo-cimento: alguns aspectos referentes à sua produção e utilização em estudo de caso. São Paulo. Dissertação de Mestrado – FAU USP.

MESSING, G. L, MARKHOFF, C. J., MCCOY, L. G., Characterization of ceramic powder compaction. Am. Ceram. Soc. Bull. 61 (1982) 857-860.

MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F. Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from Campos dos Goytacazes, Brazil. Applied Clay Science. v. 27, p. 229, 2004.

MONTEIRO, S. N., PEÇANHA, L. A., VIEIRA, C. M. F. Reformulation of Roofing Tiles Body With Addition of Granite Waste From Sawing Operations, Journal of the European Ceramic Society, v. 26, p. 305-310, 2004

MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F., RIBEIRO, M. M., SILVA F. A. N. Red ceramic industrial products incorporated with oily wastes.. Construction & Building Materials. , Scotland, v. 21, p. 2007-2011, 2007.

MOREIRA, J. M. S.; MANHÃES, J. P. V. T.; HOLANDA, J. N. F. (2005). Reaproveitamento de resíduo de rocha ornamental proveniente do Noroeste Fluminense em cerâmica vermelha. Revista Cerâmica. Ed. 51, p 180-186.

MOREIRA, J. M. S; FREIRE, M. N.; HOLANDA, J. N. F., (2003). Utilização de resíduo de serragem de granito proveniente do estado do Espírito Santo em

cerâmica vermelha. *Cerâmica*, 49. p.262-267. CCT-LAMAV - Universidade Estadual do Norte Fluminense. Rio de Janeiro.

MOTTA, J. F. M. et al. As matérias-primas cerâmicas. Parte II: Os minerais *industriais e as massas da cerâmica tradicional*. *Revista Cerâmica Industrial*, v. 7, n. 1, p. 33-40, jan/fev, 2002.

MOTHÉ FILHO, H.; POLIVANOV, H.; MOTHÉ, C.G. (2001). Propriedades Térmica e Mecânica do Cerâmico obtido com Rejeito da Indústria do Granito e do Mármore. Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Florianópolis – SC. 12p.

MOURA, W. A.; GONÇALVES, J. P.; LEITE, R. S. (2002). Utilização de resíduo de corte de mármore e granito em argamassas de revestimento e confecção de lajotas para piso. In: *Sitientibus*, nº26, p.49-61, jan./jun. 2002. Feira de Santana.

NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C.; SILVA, M.C. (2000). Potencial de Utilização de Resíduo da Serragem de Granito na Fabricação de Revestimento Cerâmico – Parte I. Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Pedro – SP. 14p.

NEVES, G.A. (2002). Reciclagem de Resíduos da Serragem de Granitos para Uso como Matéria-Prima Cerâmica. Tese de Doutorado em Engenharia de Processos – Campina Grande – PB. Universidade Federal de Campina Grande – UFCG. 242p.

NITES – Núcleo Regional de Informação Tecnológica do Espírito Santo. (1994). *Desperdício na Indústria de Mármore e Granito. Rochas de Qualidade*. São Paulo. Ed. 118, p. 27-32.

NONI Jr, A. (2005) Modelagem matemática aplicada ao controle dimensional de placas cerâmicas de monoqueima processadas por via úmida. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) apresentado pelo Curso de Pós graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina.

NORTON, F. H., *Introdução à Tecnologia Cerâmica*, São Paulo, Edgard Blucher, 1973

OLIVEIRA, M.C.A.; RODRIGUES, E.P.; ARTUR, A.C. (2000). Ardósia como MatériaPrima Cerâmica. Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Pedro –SP. 8p.

ORTEGA, F. S. et al. Aspectos da Reologia e da Estabilidade de Suspensões Cerâmicas. Parte I: Fundamentos. Cerâmica, vol.43, (279), pp. 5-10, jan/fev 1997.

PAULA, G. R. de, QUINTEIRO, E., BOSCHI, A. O., Efeito do teor de umidade e da pressão de prensagem sobre as características de revestimentos cerâmicos (1997). Cerâmica Industrial, Maio/Agosto p.28-31

PEDROTI, L. G. (2007). Estudo de conformidades em relação à ABNT de blocos cerâmicos prensados e queimados. Dissertação de Mestrado em Estruturas - Campos dos Goytacazes- RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF.

PHILIPPI, Junior, A. 1999. Agenda 21 e resíduo sólido. Resid'99: Seminário Sobre resíduos Sólidos. São Paulo, ABGE, p. 15-2.

PIANARO, S. A. et al. Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grés porcelanato. Revista Cerâmica Industrial, v. 9, n.1, p. 33-38, jan/fev, 2004.

PITTA, M. R. (1995) Estabilização com solo-cimento. Revista Techne, Editora Pini, São Paulo-SP, Nº 17, Julho/Agosto. BUENO B. S.; VILAR O. M. (1980) Mecânica dos Solos. Apostila nº 69, Imprensa Universitária, UFV, Viçosa-MG, 131p.

PONTES, I. F.; VIDAL, F.W. H. (2005). Valorização de resíduos de serrarias de mármore e granito e sua aplicação na construção civil. V Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste

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 III.

RAMOS, I.S. (2000). Delimitação, Caracterização e Cubagem da Região de Exploração de Argila no Município de Campos dos Goytacazes. Dissertação de Mestrado em Ciências de Engenharia com ênfase em Geotecnia – Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF. Vol I 83p. Vol II 311p.

REED, J. S. Reed, Principles of Ceramics Processing, 2nd Edition, John Wiley & Sons, New York (1992) p. 418-442.

REED, J. S. Introduction to the Principles of Ceramic Processing. John Wiley & Sons, New York, 1998.

RIELLA, H. G., FRANJNDLICH, E. U. de C., DURAZZO, M. (2002). Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas. Cerâmica Industrial v. 7, p. 33-36.

ROCHA, A. F. (1960). Estudo experimental sobre misturas de solo-cimento para a região de Campo Novo dos Parecis, MT. Dissertação de Mestrado. EESC USP, São Carlos-SP

ROSS, P. J. (1991) Aplicações das Técnicas Taguchi na Engenharia da Qualidade. 4ª ed. McGraw-Hill, São Paulo.

SANDIA NATIONAL LABORATORIES (2005) – www.sandia.gov

SANDROLINI, F., MORICONI, G., MATER, J. (1979). Compaction Pressure Effects in the Firing of Self-Vitrifying Ceramic Materials Science, 14, p.2811-2817.

SILVA, S.A.C. (1998). Caracterização de Resíduo da Serragem de Blocos de Granito. Estudo Potencial de Aplicação na fabricação de Argamassas de Assentamento e de Tijolos de Solo-Cimento. Tese (Mestrado em Engenharia Ambiental) – Vitória – ES. Universidade Federal do Espírito Santo – UFES. 159p.

SILVESTRE, B.S. (2001). Uma Análise Competitiva do Setor Ceramista de Campos dos Goytacazes. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Produção – Campos dos Goytacazes-RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF. 109p.

SOUZA, E. T. A., MONTEIRO, S. N., VIEIRA, C. M. F. (2004). Revestimento cerâmico com granito e argila caulinitica. *Cerâmica* 50, n.314, p. 122-127.

SOUSA, F.J.P., NEVES, W.F. das, ALARCON, O.E., "Estudo da Viabilidade de Obtenção de Isoladores Elétricos a partir de Resíduo de Esmaltação", *Cerâmica*, v. 50, pp. 217-224, 2004.

SOUSA, F.J.P., NEVES, W.F. das, ALARCON, O.E. (2004) "Estudo da Viabilidade de Obtenção de Isoladores Elétricos a partir de Resíduo de Esmaltação", *Cerâmica*, v. 50, pp. 217-224.

SOUTO, K. M.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C., SILVA, M. C., *Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, SC (2001) p. 701-712.*

SPÍNOLA, V. (2003). Liderança Nacional do Espírito Santo. Rochas Ornamentais em Arranjo Produtivo.

TEIXEIRA, R.A.; MELCHIADES, F.G.; BOSCHI, A.O. (2002). A Variação das Características das Argilas e o Processo das Cerâmicas. *Revista Cerâmica Industrial*. Vol. 7 (3). Maio/junho.

TONTINI, G., ALVES, E. (1993), "Sistema de Controle da Densidade Aparente em Função da Variação da Umidade do Pó" In: 37º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba (PR), pp. 485-492.

TORRES, P., FERNANDES, H.R., AGATHOPOULOS, S., TULYAGANOV, D.U., FERREIRA, J.M.F., "Incorporation of Granite Cutting Sludge in Industrial Porcelain Tile Formulations", *Journal of the European Ceramic Society*, v. 24, pp. 3177-3185, 2004.

VALENCIANO, M. D. C. M. (1999). Incorporação de resíduos agroindustriais e seus efeitos sobre as características físico-mecânicas de tijolos de solo melhorado com cimento. Tese de Mestrado, Campinas, SP, FEAGRI, UNICAMP, 115p.

VAN VLACK, L. H. Princípios de ciência dos materiais. Tradução: Luiz Paulo Camargo Ferrão. São Paulo: Edgard Blucher, 1970.

VAN VLACK, L. H. Propriedades dos materiais cerâmicos. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo: Edgard Blucher, 2003.

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

VIEIRA, C.M.F. (2001). Caracterização de Argilas de Campos dos Goytacazes Visando à Fabricação de Revestimento Cerâmico Semiporoso. Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais – Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF. 118p.

VIEIRA, C. M. F., ALEXANDRE, J., MONTEIRO, S. N. (2002), Características e propriedades tecnológicas de massas cerâmicas para telhas do município de Campos dos Goytacazes-RJ, Brasil. In: CONAMET/SAM SIMPÓSIO MATÉRIA, Actas del Congreso CONAMET/SAM-SIMPOSIO MATÉRIA 2002, Santiago, Chile: Universidad de Chile p. 673-676.

VIEIRA, C. M. F., MONTEIRO, S. N. (2002), Characterization of clays from Campos dos Goytacazes, North Rio de Janeiro State (Brazil) Tile & Brick International, Freiburg – Alemanha, v.18, n. 3, p. 152-157.

VIEIRA, C. M. F., SOARES, T. M., MONTEIRO, S. N. (2003), Massas cerâmicas para telhas: características e comportamento de queima. Cerâmica 49, 312 245.

VIEIRA, C. M. F.; PEÇANHA, L. A.; MONTEIRO, S. N. (2003). Efeito da incorporação de resíduo da serragem de granito em massa cerâmica vermelha. *Vértices*, ano 5, n. 3, p.143-157, set/dez.

VIEIRA, C. M. F., SOUZA E. T. A., MONTEIRO, S. N. (2004). Efeito da incorporação do chamote no processamento e microestrutura de cerâmica vermelha. *Revista Cerâmica* 50, p. 254-260.

VIEIRA, C.M.F., SOARES, T.M., SANCHEZ, R.J, MONTEIRO, S.N. (2004), "Incorporation of Granite Waste in Red Ceramics", *Materials Science and Engineering A*, v. 373, pp. 115-121.

VIEIRA, C. M. F., SALES, H. F., MONTEIRO, S. N. (2004), Efeito da adição de argila fundente ilítica em cerâmica vermelha de argilas cauliníticas. *Cerâmica* 50, p. 239-246.

XAVIER, G.C. (2001). Utilização de Resíduos de Mármore e Granito na Massa de Conformação de Cerâmica Vermelha. Dissertação de Mestrado em Ciências de Engenharia – Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF.

XAVIER, G.C. (2006). Resistência, Alterabilidade e Durabilidade de Peças Cerâmicas Vermelhas Incorporadas com Resíduo de Granito. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Campos dos Goytacazes – RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF.

ANEXO A1

A.1- Avaliação da Umidade

A.1.1 - Umidade 15T a 850°C

Na Tabela A.1 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.1 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as umidades são mostrados na Figura A.01, A.02 .e A.03.

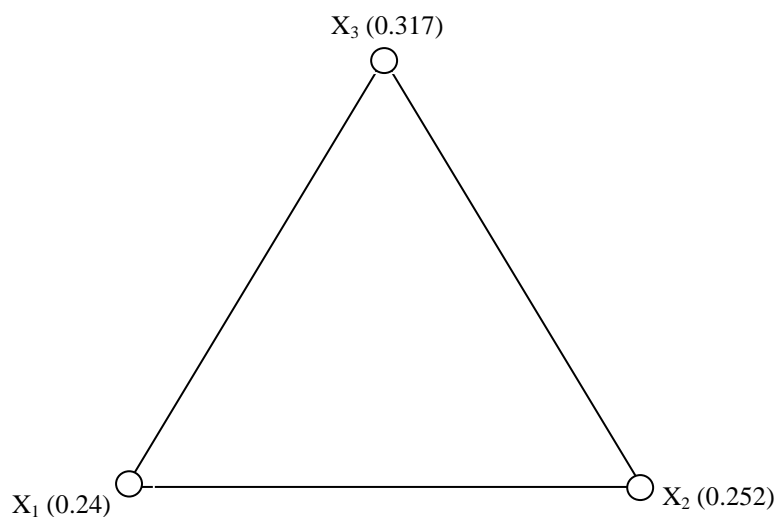


Figura A.01 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da absorção (%)

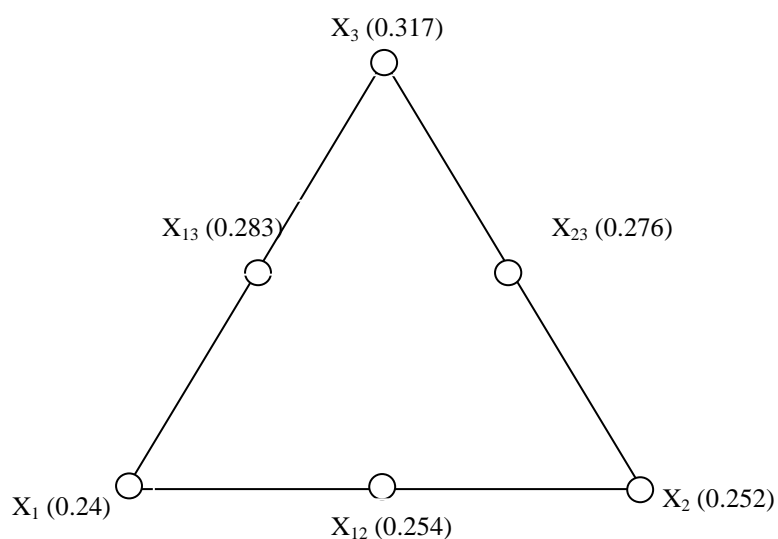


Figura A.02 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da absorção (%)

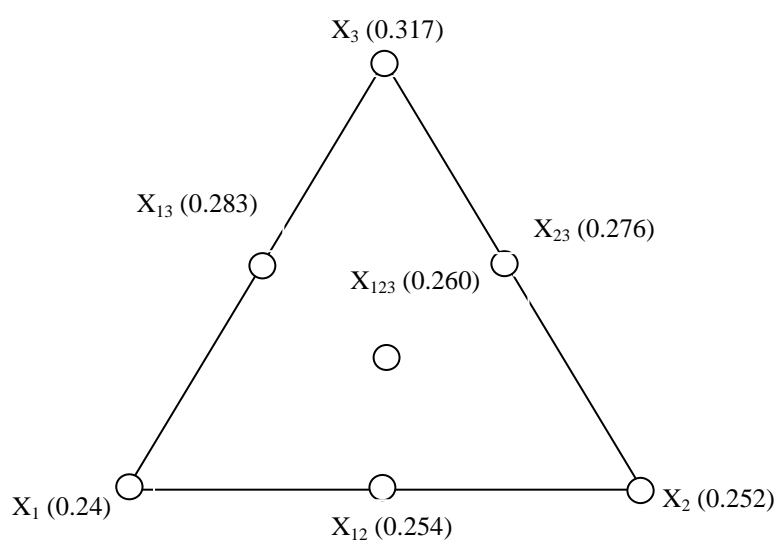


Figura A.03 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da absorção (%)

As Equações na Tabela A.2 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo.

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão)
	$\hat{y} = 0,244 * x_1 + 0,252 * x_2 + 0,317 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão)

$$\hat{y}=0,244*x_1+0,252*x_2+0,317*x_3 -0,00238*x_1*x_2 -0,0184*x_1*x_3-0,07118*x_2*x_3$$

Cúbico Especial	$\hat{y}=b_1x_1+b_2x_2+b_3x_3+b_{12}x_1x_2+b_{13}x_1x_3+b_{23}x_2x_3+b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão)
	$\hat{y}=0,244*x_1+0,257*x_2+0,324*x_3 -0,0056x_1x_3-0,058x_2x_3-0,25x_1x_2x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações da Tabela 5.5, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.1).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.1})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

A Tabela A.3 apresenta os parâmetros dos modelos e os respectivos intervalos de confiança.

Tabela A.3 – Parâmetros e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas	Intervalos de confiança			Modelos		
	95% Student			LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	0,244	0,232	0,256			
b_2	0,252	0,239	0,265			
b_3	0,317	0,301	0,332			

b_{12}	-0,00238	-0,00226	-0,00250	
b_{13}	-0.0184	-0,01748	-0,01932	
b_{23}	-0.07118	-0,06762	-0,07474	
b_{123}	-0,2532	0,2405	-0,2658	

De acordo com a Tabela A.3 todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos, pois os limites dos intervalos de confiança possuem sinais iguais, ou seja, não há evidência estatística de que algum parâmetro seja zero. Porém o modelo quadrático, e cúbico especial necessitam de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.4 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.4 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos			
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO	
b_1	0,244	0,232	0,256	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO	
b_2	0,252	0,239	0,265				
b_3	0,317	0,301	0,332				
Equação	$\hat{y} = 0,244*x_1 + 0,252*x_2 + 0,317*x_3$						
b_1	0,243	0,232	0,256	QUADRÁTICO			CÚBICO
b_2	0,258	0,245	0,270				
b_3	0,323	0,306	0,339				
b_{12}	0	0	0				
b_{13}	0	0	0				
b_{23}	-0,071	-0,06762	-0,0747				
Equação	$\hat{y} = 0,243*x_1 + 0,258*x_2 + 0,323*x_3 - 0,071*x_2*x_3$						
b_1	0,244	0,232	0,256	CÚBICO			
b_2	0,258	0,245	0,270				
b_3	0,323	0,306	0,339				
b_{12}	0	0	0				
b_{13}	0	0	0				
b_{23}	-0,059	-0,056	-0,0619				
b_{123}	-0,243	-0,2308	-0,2551				
Equação	$\hat{y} = 0,244*x_1 + 0,258*x_2 + 0,323*x_3 - 0,059*x_2*x_3 - 0,243*x_1*x_2*x_3$						

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.4, A.5 e A.6 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear, porém os modelo quadrático e cúbico especial foram ajustados . Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

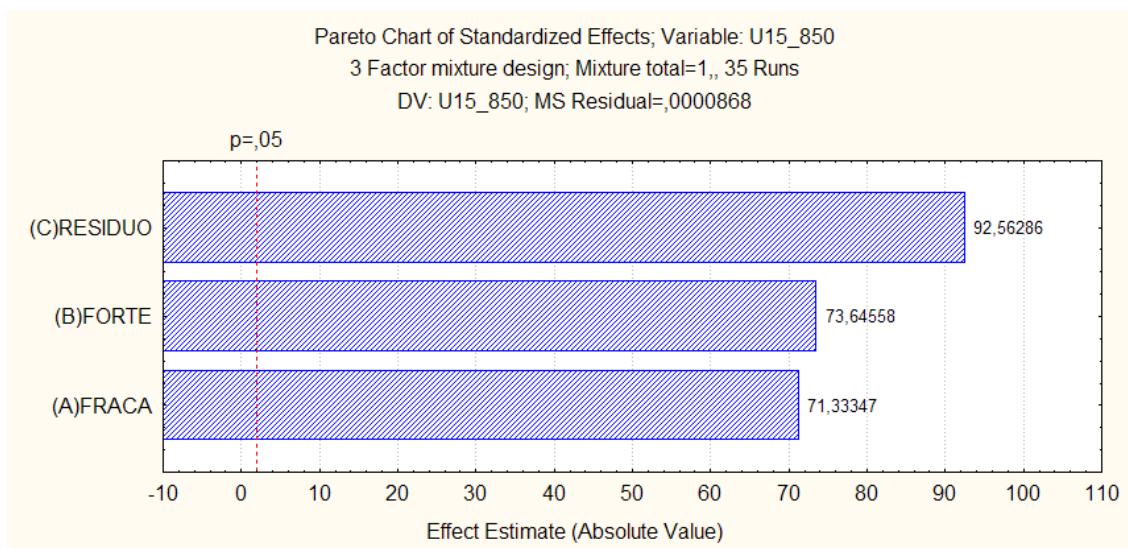


Figura A.4 – Significância dos parâmetros do modelo linear

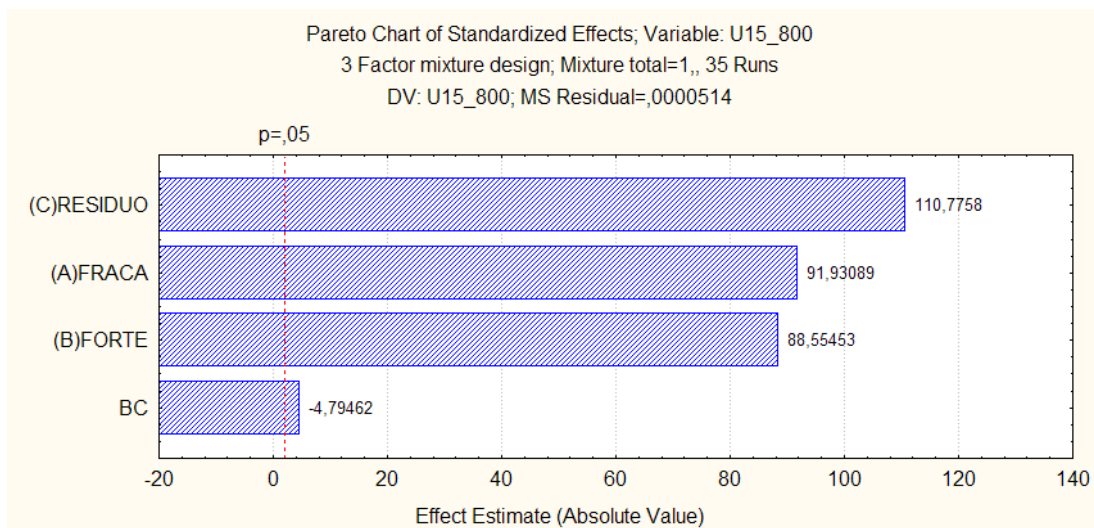


Figura A.5 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

Analisando a Tabela A5 verifica-se que o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo cúbico especial de 93.3%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.7 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo cúbico especial o qual apresentou melhor resposta.

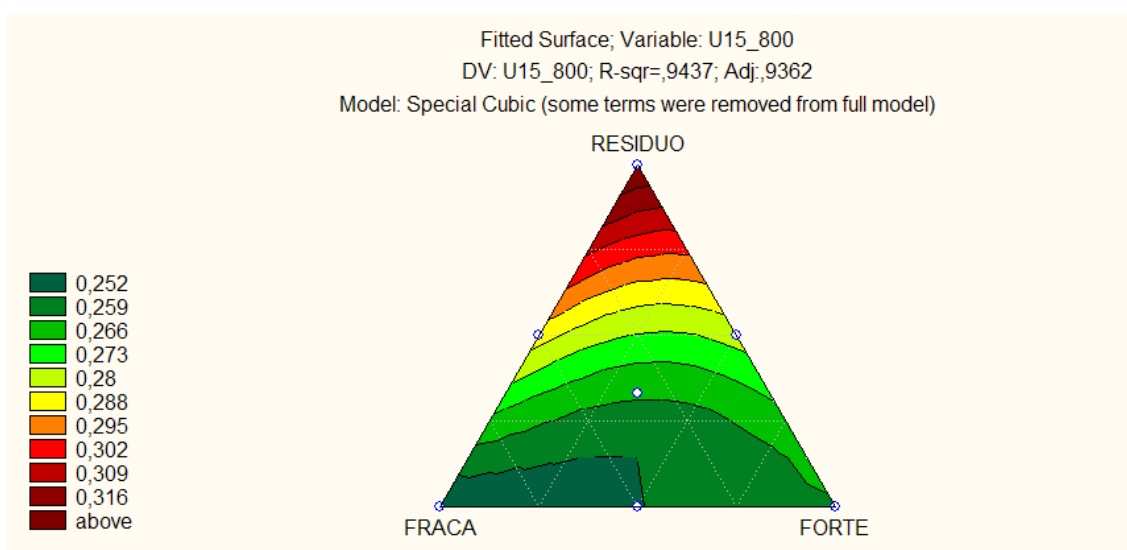


Figura A.7 – Superfície de resposta do modelo cúbico especial para absorção (decimal) a prensagem de 15T e queima de 850°C

5.7.2 - Umidade 15T a 1050°C

Na Tabela A.6 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.6 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as unidades são mostrados na Figura A.8, A.9 e A10.

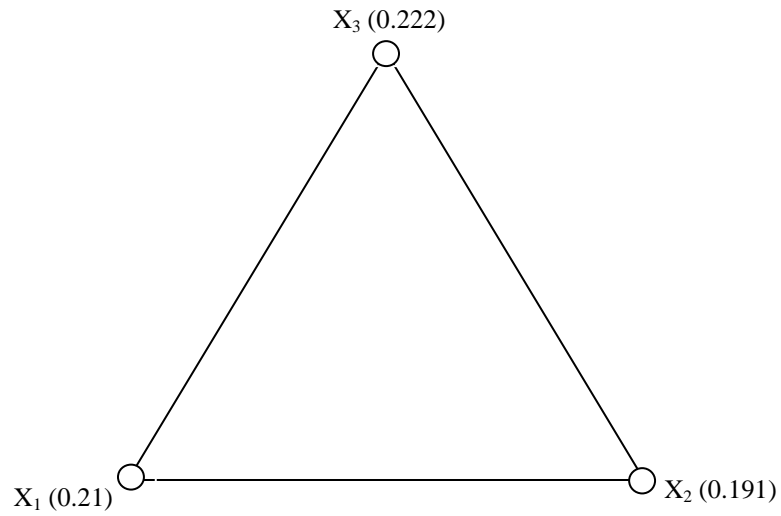


Figura A.8 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da absorção (%)

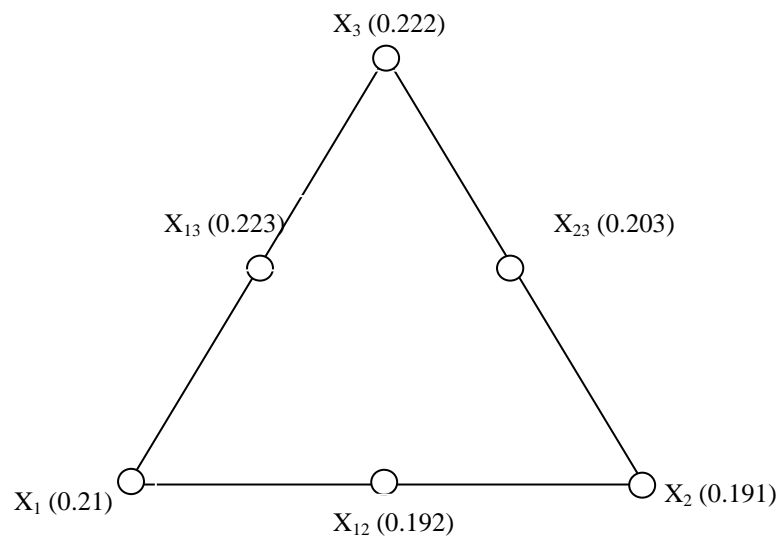


Figura A.9 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da absorção (%)

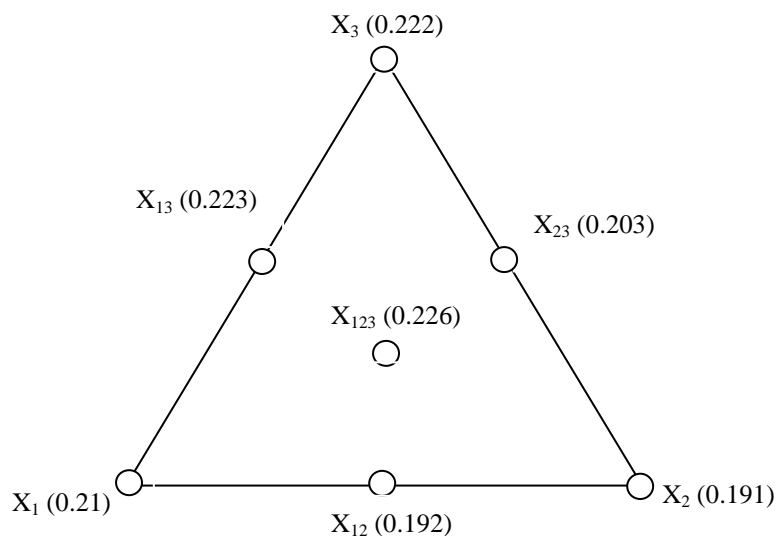


Figura A.10 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da absorção (%)

As Equações abaixo representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo, e são representados na Tabela A.7.

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,212 * x_1 + 0,189 * x_2 + 0,227 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,208 * x_1 + 0,189 * x_2 + 0,221 * x_3 - 0,0043 * x_1 * x_2 + 0,057 * x_1 * x_3 - 0,1209 * x_2 * x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,209 * x_1 + 0,191 * x_2 + 0,222 * x_3 - 0,032 * x_1 * x_2 + 0,029 * x_1 * x_3 - 0,016 * x_2 * x_3 + 0,5562 * x_1 * x_2 * x_3$

Onde:

- \hat{y} – resposta estimada pelo modelo;
- b_i – parâmetros do modelo;
- x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações representadas na Tabela A.7, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.2).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.2})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

A Tabela A.8 apresenta os parâmetros dos modelos e os respectivos intervalos de confiança.

Tabela A.8 – Parâmetros e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas	Intervalos de confiança			Modelos		
	95% Student			LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	0,21	0,199	0,220			
b_2	0,19	0,180	0,199			
b_3	0,22	0,209	0,231			
b_{12}	-0,0043	-0,0041	-0,0045			
b_{13}	+0,057	0,054	0,059			
b_{23}	-0,121	-0,114	--0,127			
b_{123}	+0,5562	0,528	0,584			

De acordo com a Tabela A.8 todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos, pois os limites dos intervalos de confiança possuem sinais iguais, ou seja, não há evidência estatística de que algum parâmetro seja zero. Porém o modelo quadrático, e cúbico especial necessitam de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.9 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.9 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas	Intervalos de confiança 95%	Modelos
-----------	-----------------------------	---------

		Student		
b ₁	0,21	0,199	0,220	LINEAR
b ₂	0,19	0,180	0,199	
b ₃	0,22	0,209	0,231	
equação	$\hat{y} = 0,212*x_1 + 0,189*x_2 + 0,227*x_3$			
b ₁	0,21	0,199	0,220	QUADRÁTICO
b ₂	0,19	0,180	0,199	
b ₃	0,22	0,209	0,231	
b ₁₂	0	0	0	
b ₁₃	0	0	0	
b ₂₃	0	0	0	
equação	$\hat{y} = 0,208*x_1 + 0,189*x_2 + 0,221*x_3 - 0,0043*x_1*x_2 + 0,057*x_1*x_3 - 0,1209*x_2*x_3$			
b ₁	0,21	0,199	0,220	CÚBICO
b ₂	0,19	0,180	0,199	
b ₃	0,22	0,209	0,231	
b ₁₂	0	0	0	
b ₁₃	0	0	0	
b ₂₃	0	0	0	
b ₁₂₃	0	0	0	
equação	$\hat{y} = 0,209*x_1 + 0,191*x_2 + 0,222*x_3 - 0,032*x_1*x_2 + 0,029*x_1*x_3 - 0,016*x_2*x_3 + 0,5562*x_1*x_2*x_3$			

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.11, A.12 e A.13 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear, porém os modelos quadrático e cúbico especial possuem misturas com valores iguais a zero. Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

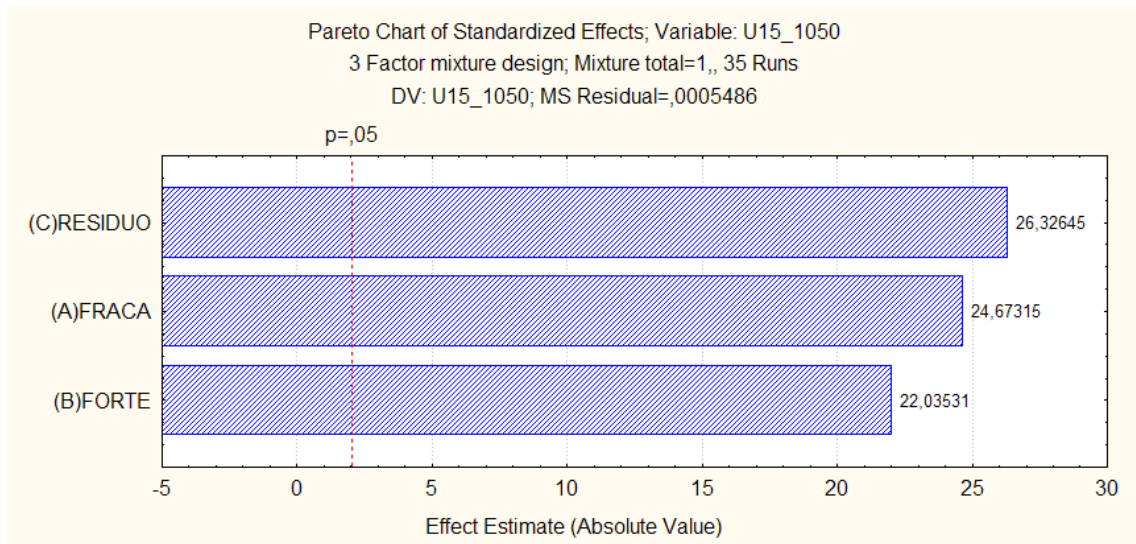


Figura A.11 – Significância dos parâmetros do modelo linear

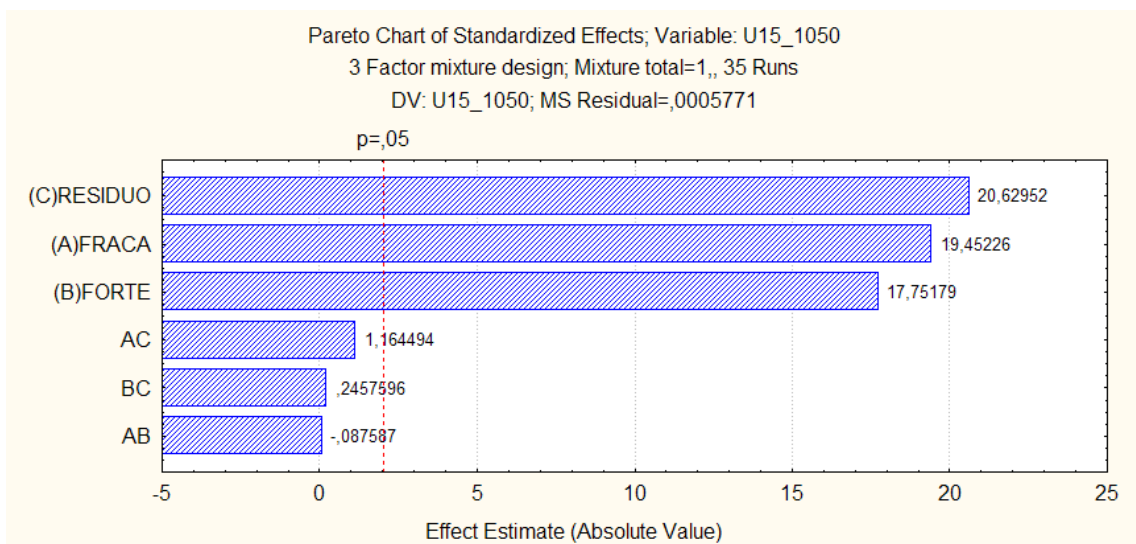


Figura A.12 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

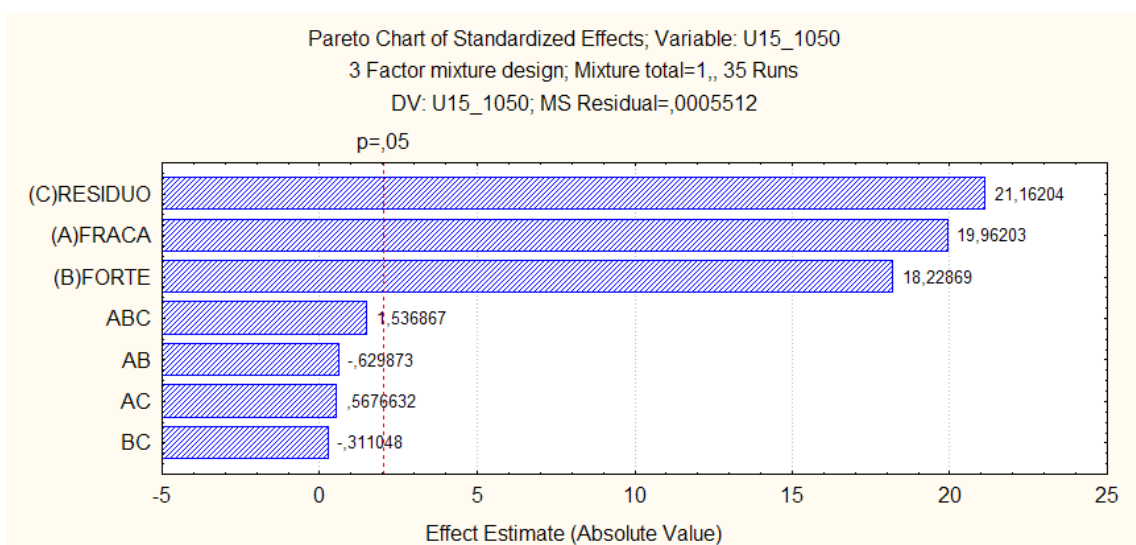


Figura A.13 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a disposta na tabela A.9, já no modelo quadrático seis experimentos e o modelo cúbico especial sete experimentos. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.10 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.10 - Anova

ANOVA; Var.:U15_105 (umidade.sta)										
	SS_EFFEC	DF_EFFEC	MS_EFFEC	SS_ERROR	DF_ERROR	MS_ERROR	F	P	R_SQR	R_SQR_AD
Linear	0.004344	2	0.00217	0.0175	32	0.00054	3.959.3	0.0290	0.1983	0.1482
Quadratico	0.000817	3	0.00027	0.0167	29	0.00057	0.4718	0.7042	0.2356	0.1038
Cubico Especial	0.001302	1	0.00130	0.0154	28	0.00055	2.361.96	0.1355	0.2951	0.1440
Total Adjusted	0.021898	34	0.00064							

Analisando a Tabela A.10 verifica-se que o único modelo que foi significativo foi o modelo linear.

Superfície de respostas

A Figura A.14 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo linear o qual apresentou melhor resposta.

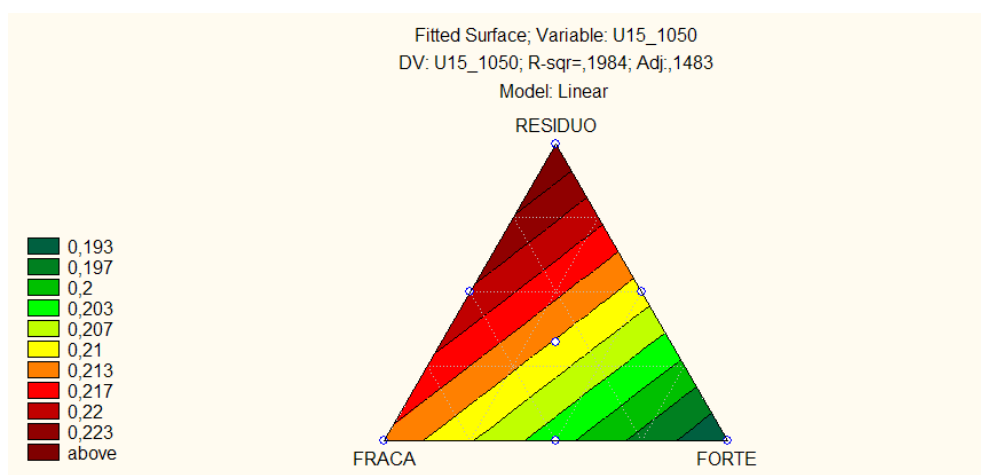


Figura A.14 – Superfície de resposta do modelo linear para absorção(decimal) a prensagem de 15T e queima de 1050°C

5.7.3 - Umidade 100T a 850°C

Na Tabela A.11 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.11 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as umidades são mostrados na Figura A.15, A.16, e A.17.

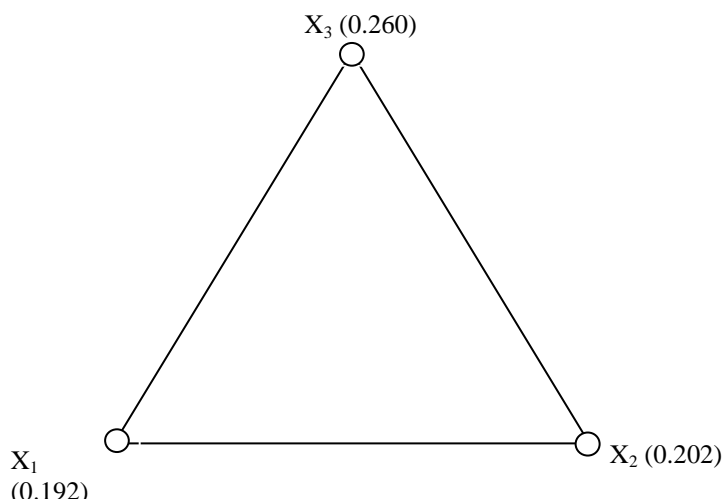


Figura A.15 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da absorção (%)

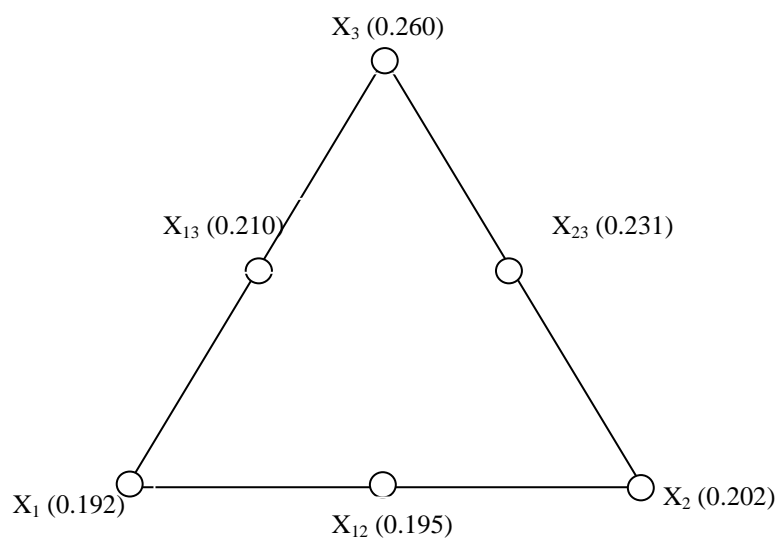


Figura A.16 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da absorção (%)

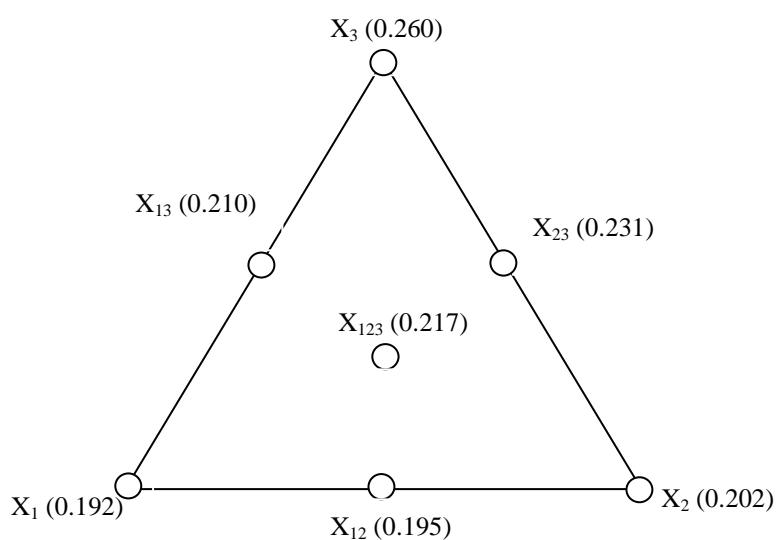


Figura A.17 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da absorção (%)

As Equações apresentadas na Tabela A.12 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo.

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão)
	$\hat{y} = 0,186 * x_1 + 0,203 * x_2 + 0,255 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão)

$$\hat{y} = 0,191 \cdot x_1 + 0,201 \cdot x_2 + 0,259 \cdot x_3 + 0,00046 \cdot x_1 \cdot x_2 - 0,053 \cdot x_1 \cdot x_3 + 0,010 \cdot x_2 \cdot x_3$$

$$\hat{y} = b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{123} x_1 x_2 x_3 \quad (\text{Padrão})$$

Cúbico Especial $\hat{y} = 0,192 \cdot x_1 + 0,202 \cdot x_2 + 0,26 \cdot x_3 - 0,009 \cdot x_1 \cdot x_2 - 0,064 \cdot x_1 \cdot x_3 - 9,76 \cdot 10^{-16} \cdot x_2 \cdot x_3 + 0,199 \cdot x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as dispostas na tabela, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.3).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.3})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

A Tabela A.13 apresenta os parâmetros dos modelos e os respectivos intervalos de confiança.

Tabela A.13 – Parâmetros e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas	Intervalos de confiança		Modelos					
	95% Student		LINEA	R	QUAD	RÁTIC	CÚBIC	O
b_1	0,19	0,1805	0,1995					

b_2	0,20	0,19	0,21
b_3	0,25	0,2375	0,2625
b_{12}	0,00046	0,000437	0,000483
b_{13}	-0,053	-0,05035	-0,05565
b_{23}	0,01	0,0095	0,0105
b_{123}	0,199	0,18905	0,20895

De acordo com a Tabela A.13 todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos, pois os limites dos intervalos de confiança possuem sinais iguais, ou seja, não há evidência estatística de que algum parâmetro seja zero. Porém o modelo quadrático, e cúbico especial necessitam de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.14 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.14 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	0,186	0,1767	0,1953	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_2	0,203	0,19285	0,21315			
b_3	0,255	0,24225	0,26775			
equação	$\hat{y} = 0,186*x_1 + 0,203*x_2 + 0,255*x_3$					
b_1	0,191	0,18145	0,20055	QUADRÁTICO		
b_2	0,202	0,1919	0,2121			
b_3	0,26	0,247	0,273			
b_{12}	0	0	0			
b_{13}	-0,05	-0,0475	-0,0525			
b_{23}	0	0	0			
equação	$\hat{y} = 0,191*x_1 + 0,202*x_2 + 0,26*x_3 - 0,05*x_1*x_3$					
b_1	0,192	0,1824	0,2016	CÚBICO		
b_2	0,202	0,1919	0,2121			
b_3	0,26	0,247	0,273			
b_{12}	-0,009	-0,00855	-0,00945			
b_{13}	-0,06	-0,057	-0,063			

b_{23}	0	0	0
b_{123}	0,19	0,1805	0,1995
equação	$\hat{y} = 0,192 \cdot x_1 + 0,202 \cdot x_2 + 0,26 \cdot x_3 - 0,009 \cdot x_1 \cdot x_2 -$ $0,06 \cdot x_1 \cdot x_3 + 0,19 \cdot x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$		

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.18, A.19 e A.20 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear, porém os modelo quadrático e cúbico especial foram ajustados . Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

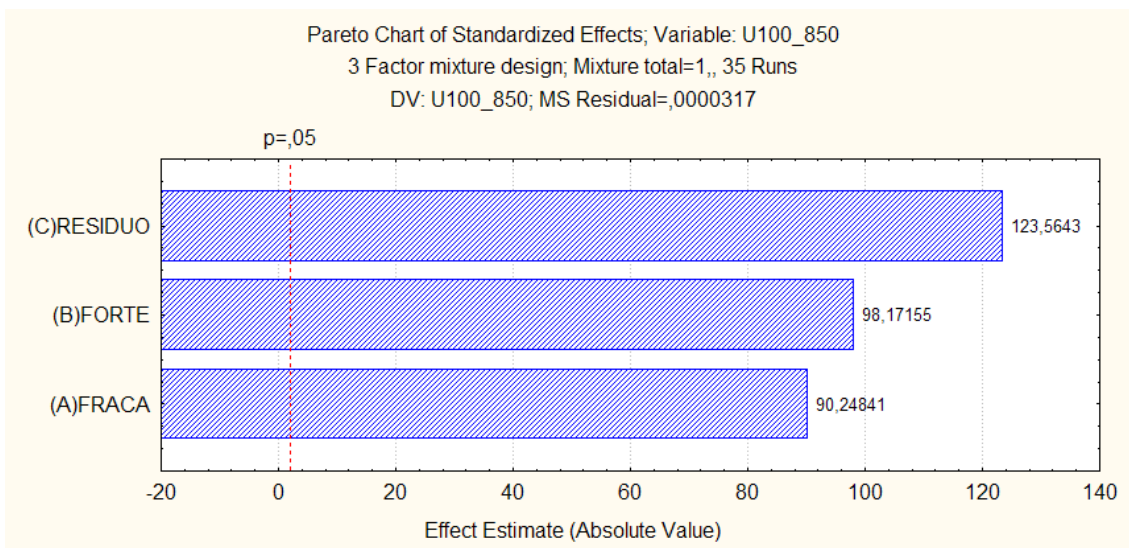


Figura A.18 – Significância dos parâmetros do modelo linear

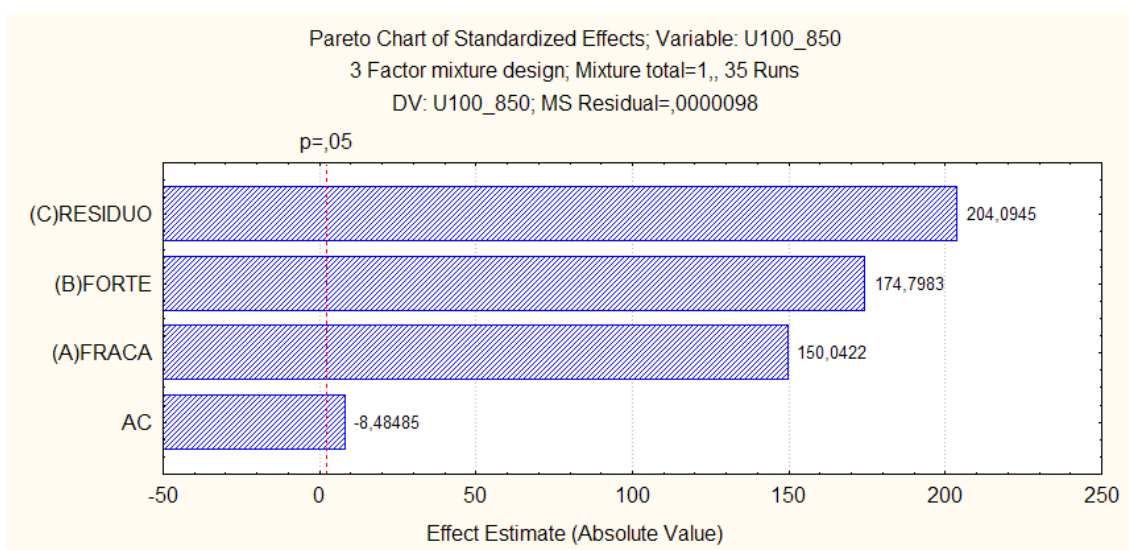


Figura A.19 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

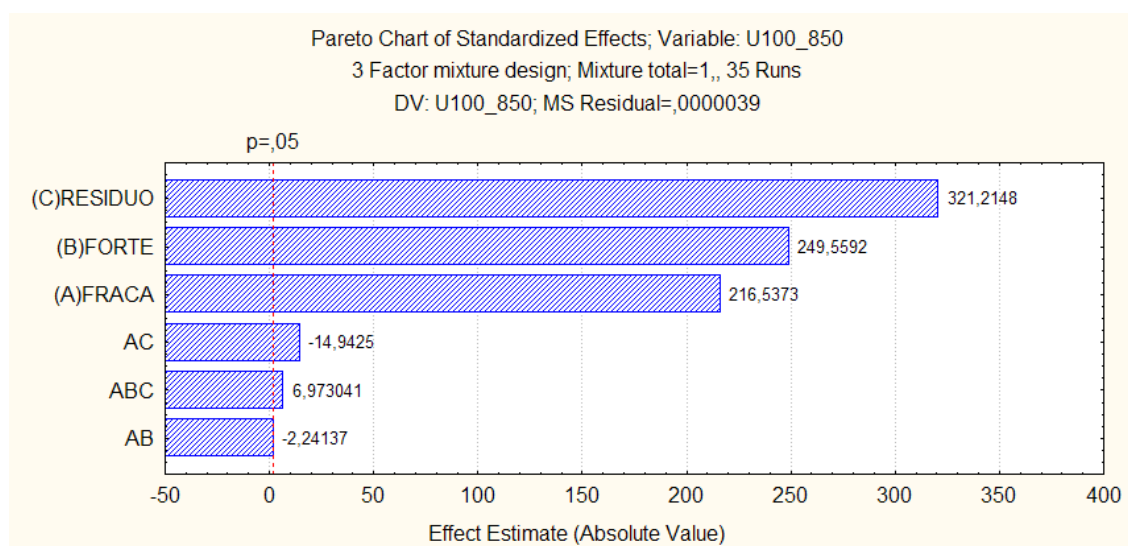


Figura A.20 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a Equação diposto na Tabela A.15, já no modelo quadrático seis experimentos e o modelo cúbico especial sete experimentos onde resultou na equação. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.16 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.16 – Anova entre dos modelos

ANOVA; Var.:U100_850 (umidade.sta)

Model	SS_EFFEC	DF_EFFEC	MS_EFFEC	SS_ERROR	DF_ERROR	MS_ERROR	F	P	R_SQR	R_SQR_AD
Linear	0.0162	2	0.0081	0.0010	32	0.000032	2.560.385	0.000	0.941	0.937
Quadratic0 Cubico	0.0007	3	0.00024	0.00028	29	0.000010	252.075	0.000	0.983	0.980
Especial Total	0.00016	1	0.00016	0.00011	28	0.000004	410.190	0.000	0.993	0.991
Adjusted	0.0172	34	0.00050							

Analisando a Tabela A.16 verifica-se que o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o

modelo cúbico especial de 93.3%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.21 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo cúbico especial o qual apresentou melhor resposta.

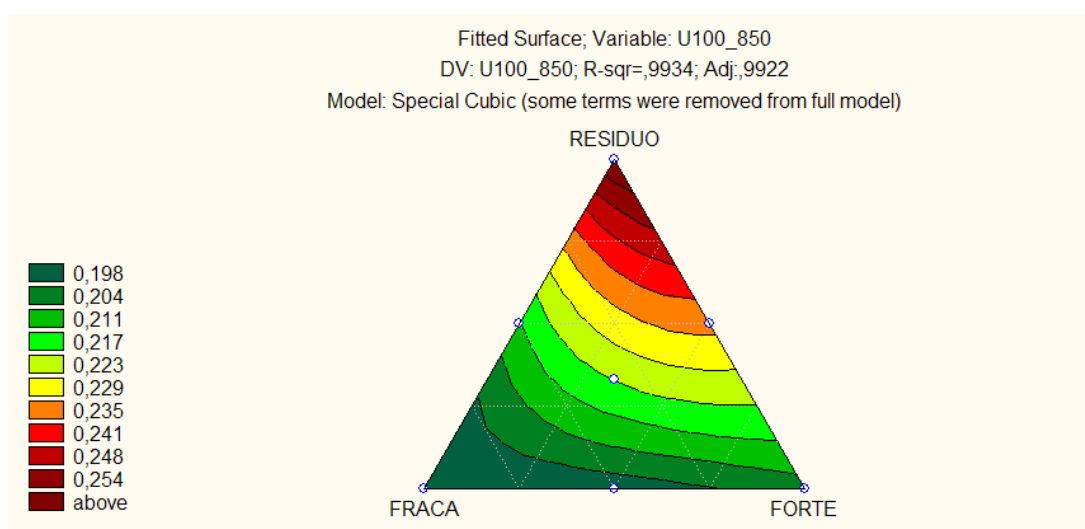


Figura A.22 – Superfície de resposta do modelo cúbico especial para absorção (decimal) à prensagem de 100T e queima de 850°C

5.7.4 - Umidade 100T a 1050°C

Na Tabela A.17 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.17 – Pontos experimentais.

Pontos	x ₁	x ₂	x ₃	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y ₁	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y ₂	0	1	0			
y ₃	0	0	1			
y ₁₂	0,5	0,5	0			
y ₁₃	0,5	0	0,5			
y ₂₃	0	0,5	0,5			
y ₁₂₃	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as umidades são mostrados na Figura A.23, A.24 e A.25.

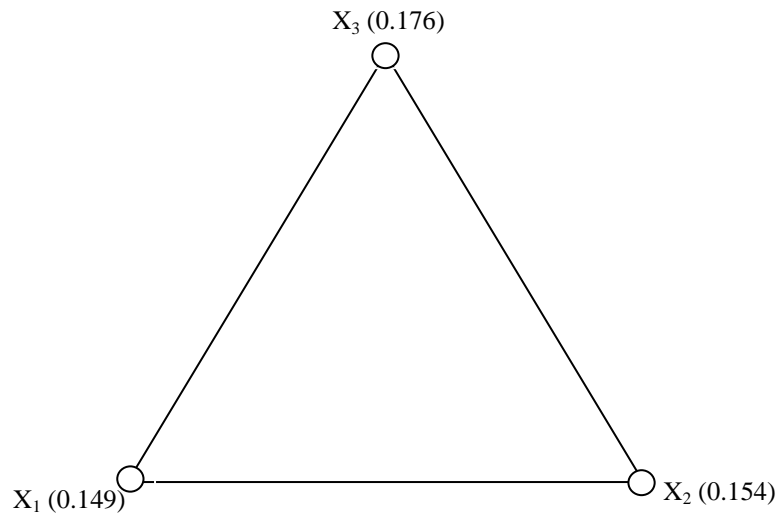


Figura A.23 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da absorção (%)

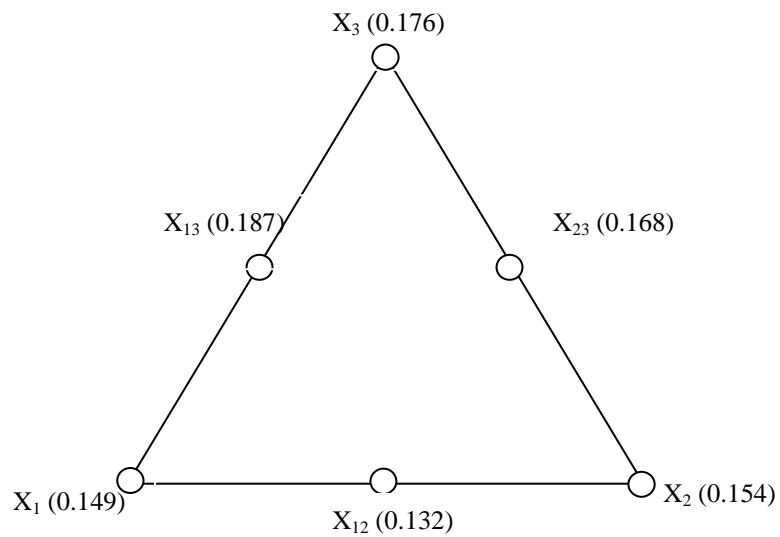


Figura A.24 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da absorção (%)

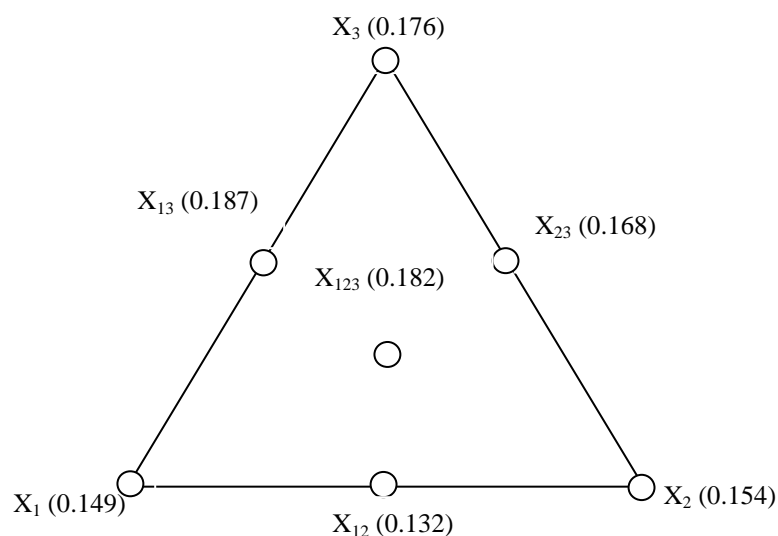


Figura A.25 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da absorção (%)

As Equações 1, 2 e 3 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelos, e são representados na Tabela A.18.

Tabela A.18 – Equações dos modelos

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,153x_1 + 0,149x_2 + 0,189x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,147x_1 + 0,153x_2 + 0,175x_3 - 0,531x_1x_2 + 0,122x_1x_3 + 0,036x_2x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 0,149x_1 + 0,1542x_2 + 0,176x_3 - 0,079x_1x_2 + 0,096x_1x_3 + 0,009x_2x_3 + 0,516x_1x_2x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações dispostos na Tabela A.18, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções

dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.4).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.4})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

A Tabela A.19 apresenta os parâmetros dos modelos e os respectivos intervalos de confiança.

Tabela A.19 – Parâmetros e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança		Modelos		
		95% Student		LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	0,153	0,1454	0,1607			
b_2	0,149	0,1416	0,1565			
b_3	0,189	0,1796	0,1985			
b_{12}	-0,531	-0,5045	-0,5576			
b_{13}	0,122	0,1159	0,1281			
b_{23}	0,036	0,0342	0,0378			
b_{123}	0,516	0,4902	0,5418			

De acordo com a Tabela A.19 todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos, pois os limites dos intervalos de confiança possuem sinais iguais, ou seja, não há evidência estatística de que algum parâmetro seja zero. Porém o modelo quadrático, e cúbico especial necessitam de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.20 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.20 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b ₁	0,153	0,1454	0,1607	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b ₂	0,149	0,1416	0,1565			
b ₃	0,189	0,1796	0,1985			
Equação	$\hat{y} = 0,153*x_1 + 0,149*x_2 + 0,189*x_3$					
b ₁	0,142	0,1349	0,1491	QUADRÁTICO	CÚBICO	
b ₂	0,151	0,1435	0,1586			
b ₃	0,179	0,1701	0,188			
b ₁₂	0	0	0			
b ₁₃	0,123	0,1169	0,1292			
b ₂₃	0	0	0			
Equação	$\hat{y} = 0,142*x_1 + 0,151*x_2 + 0,179*x_3 + 0,123*x_1*x_3$					
b ₁	0,149	0,1416	0,1565	CÚBICO		
b ₂	0,154	0,1463	0,1617			
b ₃	0,176	0,1672	0,1848			
b ₁₂	0	0	0			
b ₁₃	0	0	0			
b ₂₃	0	0	0			
b ₁₂₃	0	0	0			
Equação	$\hat{y} = 0,149*x_1 + 0,1542*x_2 + 0,176*x_3 - 0,079*x_1*x_2 + 0,096*x_1*x_3 + 0,009*x_2*x_3 + 0,516*x_1*x_2*x_3$					

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.26, A.27 e A.28 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear, porém os modelo quadrático e cúbico especial foram ajustados . Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

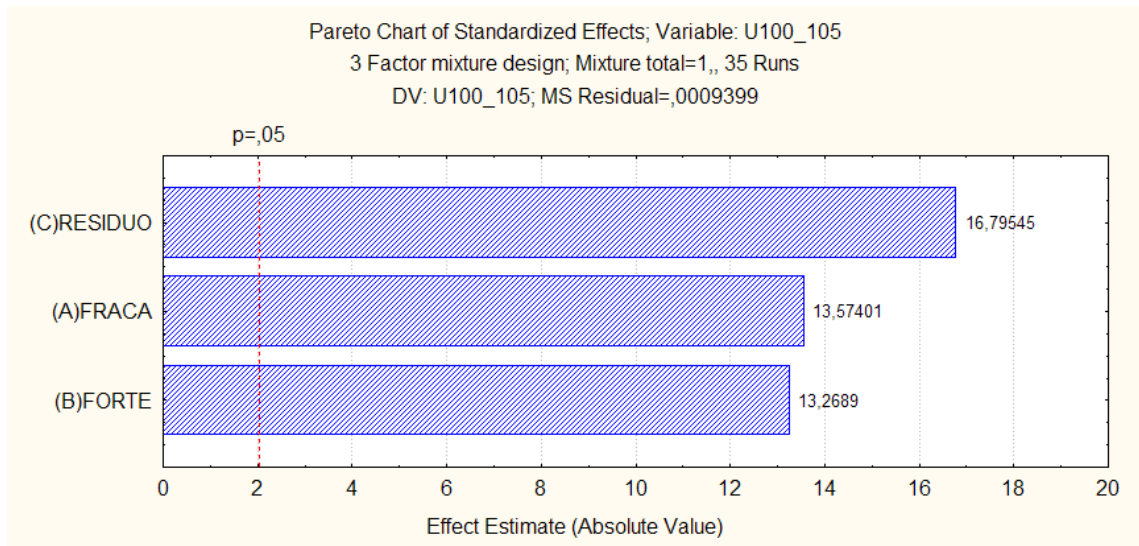


Figura A.26 – Significância dos parâmetros do modelo linear

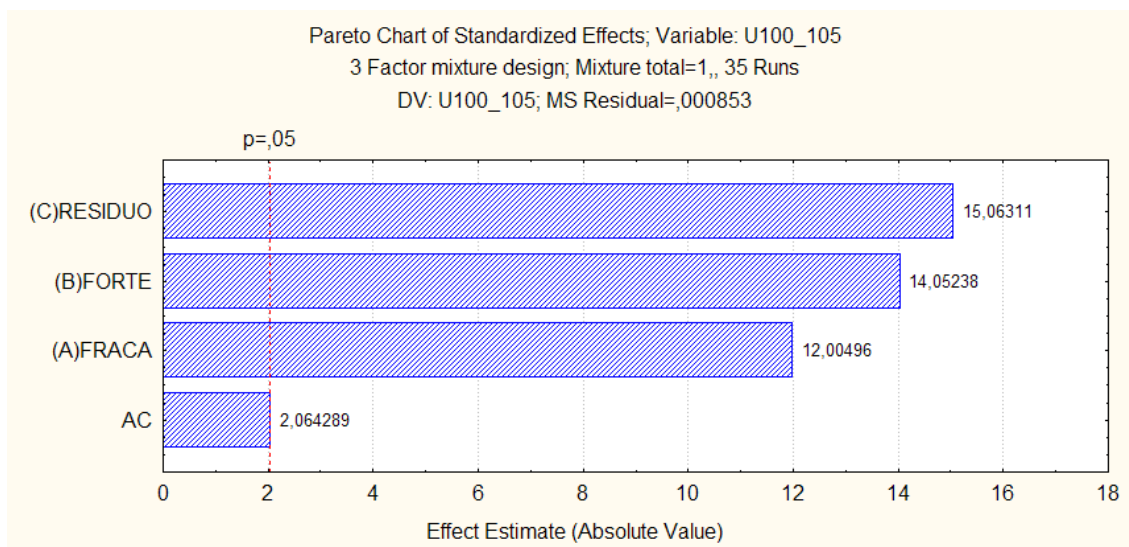


Figura A.27 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

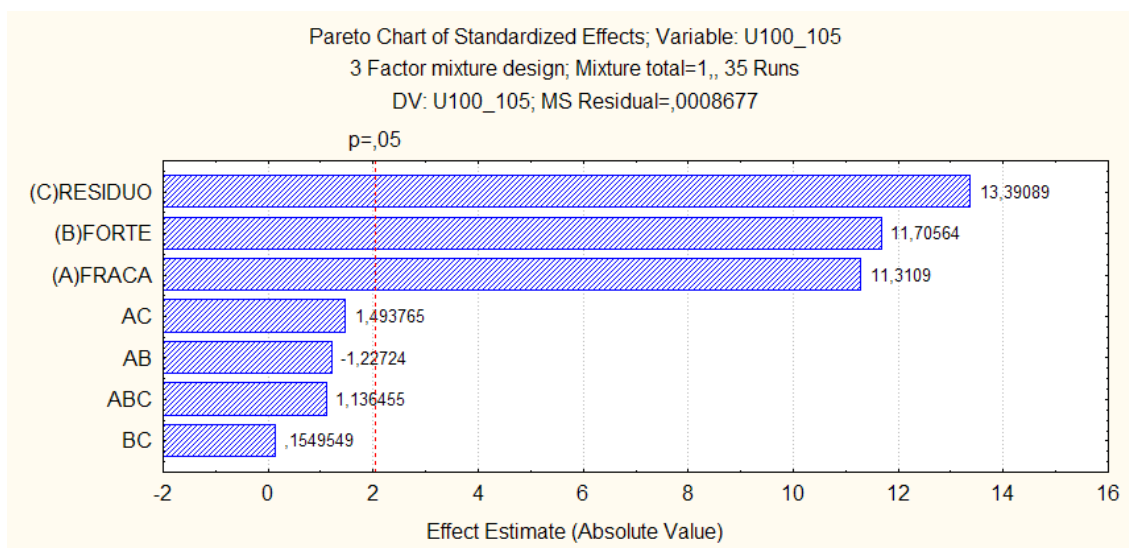


Figura A.28 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a Equação 2, já no modelo quadrático seis experimentos onde resultou-se na Equação 3 e o modelo cúbico especial sete experimentos onde resultou na equação A.4. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.21 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.21 - Anova

ANOVA; Var.:U100_105 (umidade.sta)										
Modelos	SS_EFFEC	DF_EFFEC	MS_EFFEC	SS_ERROR	DF_ERROR	MS_ERROR	F	P	R_SQR	R_SQR_AD
Linear	0.00606	2	0.00303	0.0300	32	0.00094	3.227	0.052	0.1678	0.115
Quadrático	0.00363	1	0.00363	0.0264	31	0.00085	4.261	0.047	0.2684	0.197
Cúbico Especial	0.00072	1	0.00072	0.0257	30	0.00085	0.847	0.364	0.2884	0.193
Total	0.03614	34	0.00106							

Analisando a Tabela A.21 verifica-se que o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo quadrático de 19,76%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.29 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo quadrático o qual apresentou melhor resposta.

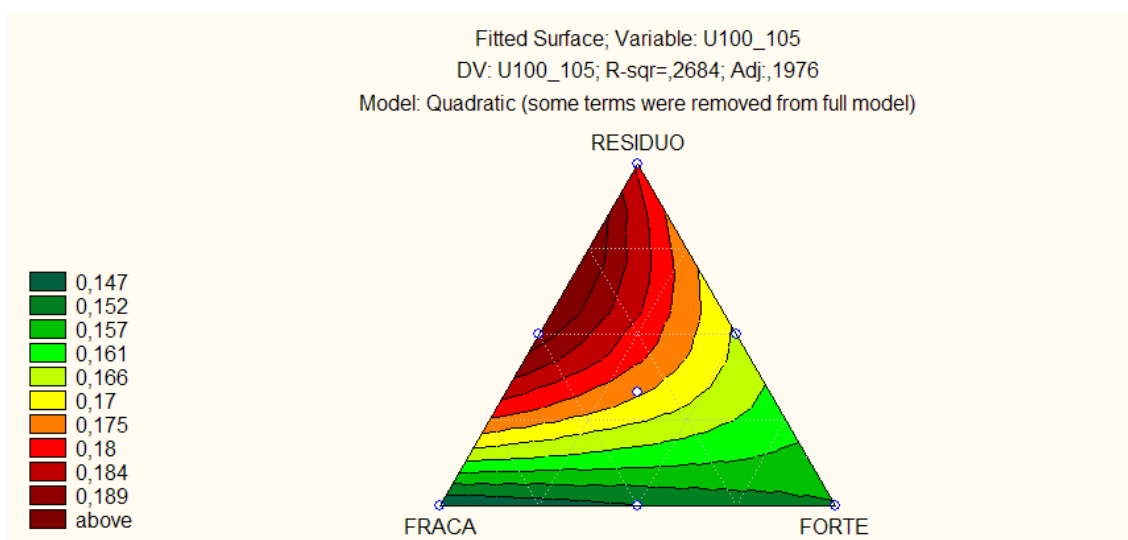


Figura A.29 – Superfície de resposta do modelo quadrático para absorção(decimal) a prensagem de 100T e queima de 1050°C

5.8- Avaliação da Compressão

5.8.1 - Compressão 15T a 850°C

Na Tabela A.22 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.22 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as umidades são mostrados na Figura A.30, A.31 e A.32.

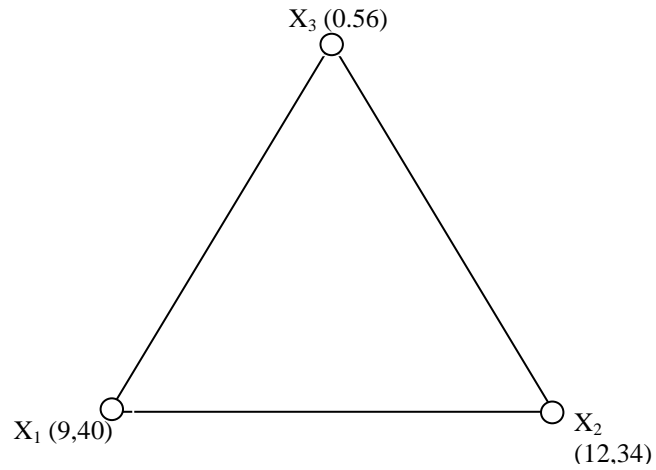


Figura A.30 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da resistência à compressão (MPa)

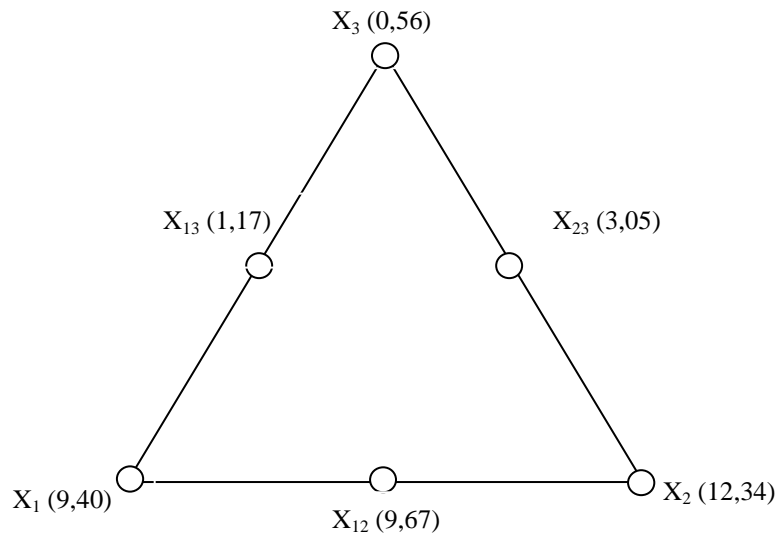


Figura A.31 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da resistência à compressão (MPa)

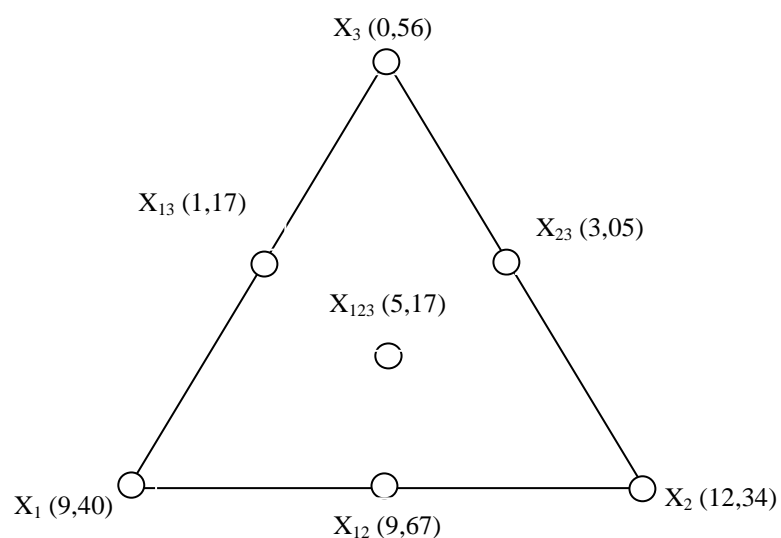


Figura A.32 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da resistência à compressão (MPa)

As Equações 1, 2 e 3 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo, e são representados na Tabela A.23.

Tabela A.23 – Equações dos modelos

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 8,116 * x_1 + 11,21 * x_2 - 1,60 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = +9,30 * x_1 + 12,23 * x_2 + 0,46 * x_3 - 2,79 * x_1 * x_2 - 13,24 * x_1 * x_3 - 11,58 * x_2 * x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = +9,40 * x_1 + 12,33 * x_2 + 0,56 * x_3 - 4,81 * x_1 * x_2 - 15,26 * x_1 * x_3 - 13,60 * x_2 * x_3 + 39,89 * x_1 * x_2 * x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações apresentadas na Tabela A.23, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.4).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.4})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

De acordo com os itens todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos. Porém o modelo quadrático, e cúbico especial necessitam de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.24 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.24 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas	Intervalos de confiança 95%			Modelos		
	Student			LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	8,116	7,71	8,52			
b_2	11,21	10,65	11,77			
b_3	-1,60	-1,52	-1,68			
Equação	$\hat{y}=8,116*x_1+11,21*x_2-1,60*x_3$					
b_1	9,05	8,60	9,50			
b_2	11,99	11,39	12,59			
b_3	0,481	0,46	0,51			
b_{12}	0	0,00	0,00			
b_{13}	-13,12	-12,46	-13,78			
b_{23}	-11,46	-10,89	-12,03			
Equação	$\hat{y}=+9,05*x_1+11,99*x_2+0,481*x_3-13,12*x_1*x_3-11,46*x_2*x_3$					
b_1	9,0	8,55	9,45			
b_2	11,93	11,33	12,53			

b_3	0,562	0,53	0,59
b_{12}	0	0,00	0,00
b_{13}	-14,46	-13,74	-15,18
b_{23}	12,80	12,16	13,44
b_{123}	27,87	26,48	29,26
Equação	$\hat{y}=+9,0*x_1+11,93*x_2+0,562*x_3-14,46*x_1*x_3-$ $12,80*x_2*x_3+27,87*x_1*x_2*x_3$		

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.33, A.34 e A.35 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear, porém os modelo quadrático e cúbico especial foram ajustados . Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

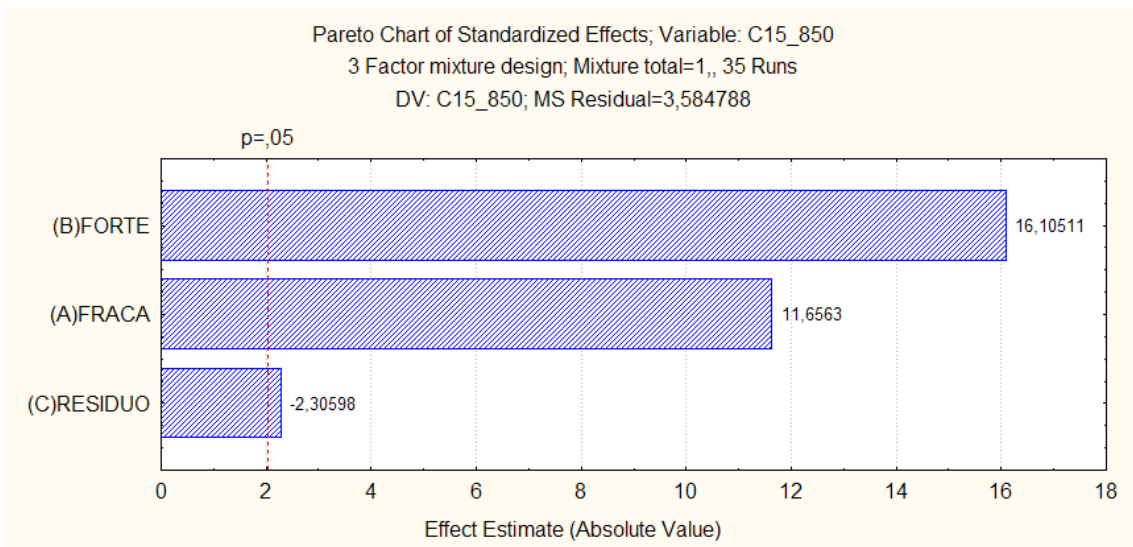


Figura A.33 – Significância dos parâmetros do modelo linear

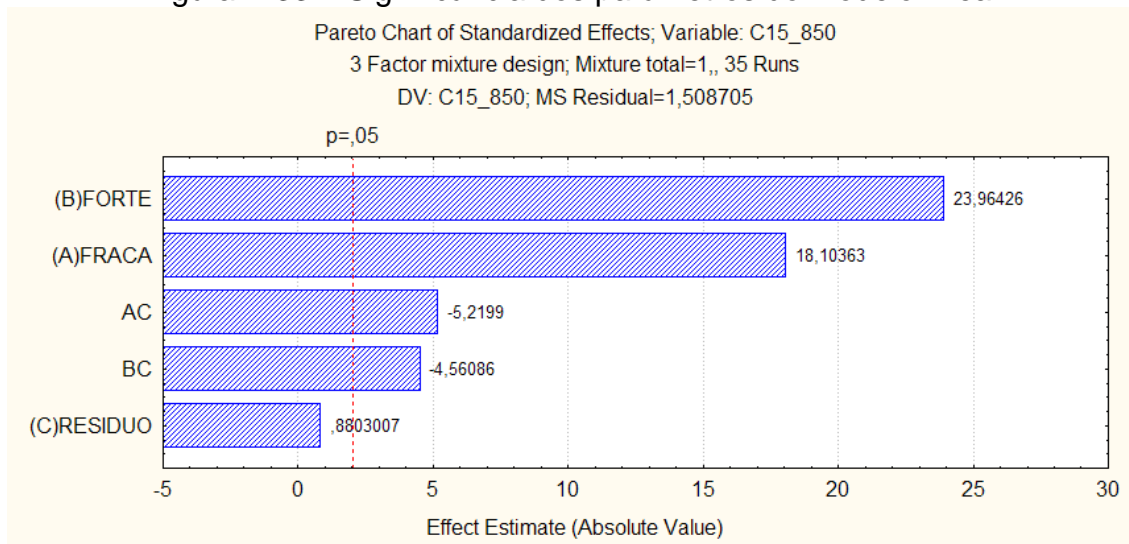


Figura A.34 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

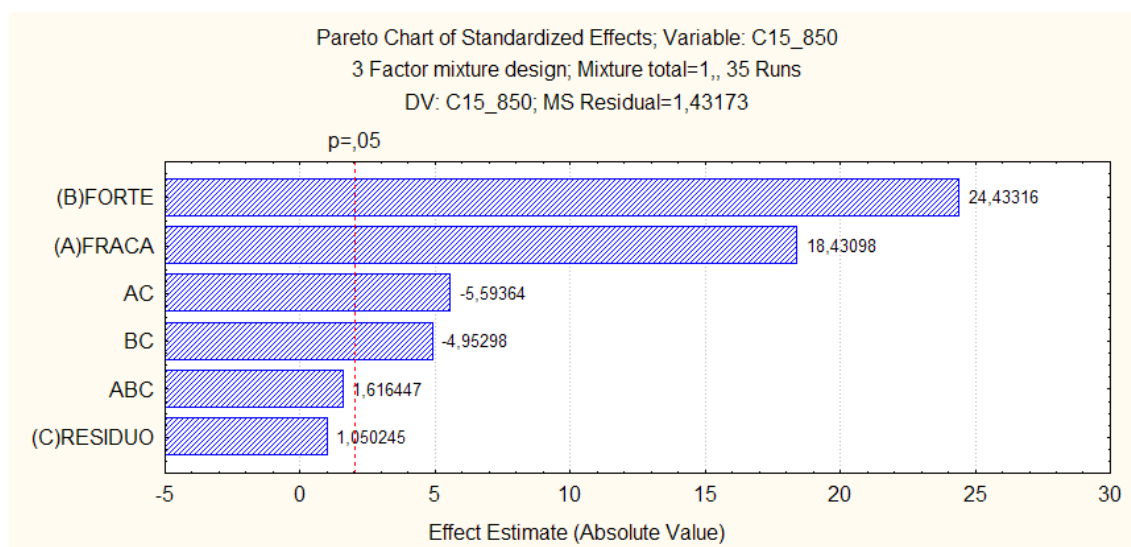


Figura A.35 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a Equação disposta na Tabela A.24, já no modelo quadrático seis experimentos e o modelo cúbico especial sete experimentos. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.25 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.24 - Anova

ANOVA; Var.:C15_850 (compressao.sta)
3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 35 Runs
(Some terms were excluded from the respective full models)

Modelos	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	R-Sqr Adjusted
Linear	559,2428	2	279,621	114,7132	32	3,5847	78,002	0	0,8297	0,8191
Quadratic	69,4521	2	34,72	45,2611	30	1,5087	23,0171	0,000001	0,9328	0,9238
Special Cubic	3,741	1	3,74	41,5202	29	1,431	2,612	0,116826	0,9383	0,9277
Total Adjusted	673,956	34	19,82							

Analisando a Tabela A.24 verifica-se os modelos lineares e quadraticos são estatisticamente significativos porém o cúbico especial não. Para os valores significativos, o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo quadrático com 93,28%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.36 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo quadrático o qual apresentou melhor resposta.

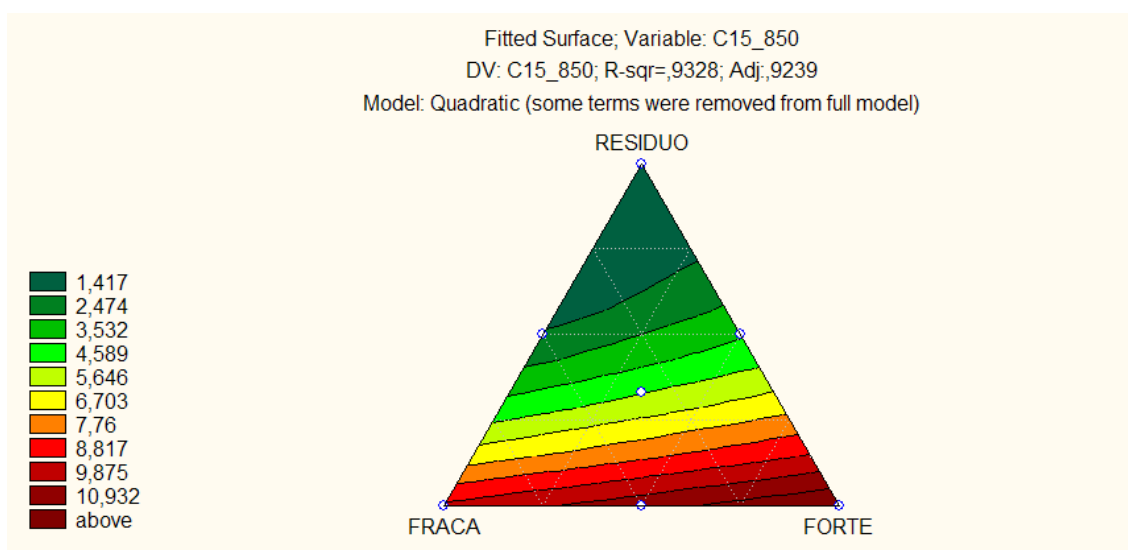


Figura A.36 – Superfície de resposta do modelo quadrático para resistência à compressão (MPa) a prensagem de 15T e queima de 850°C

5.7.2 - Compressão 15T a 1050°C

Na Tabela A.25 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.25 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			

y_{123}	0,333	0,333	0,333	
-----------	-------	-------	-------	--

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as unidades são mostrados na Figura A.37, A.38 e A.39.

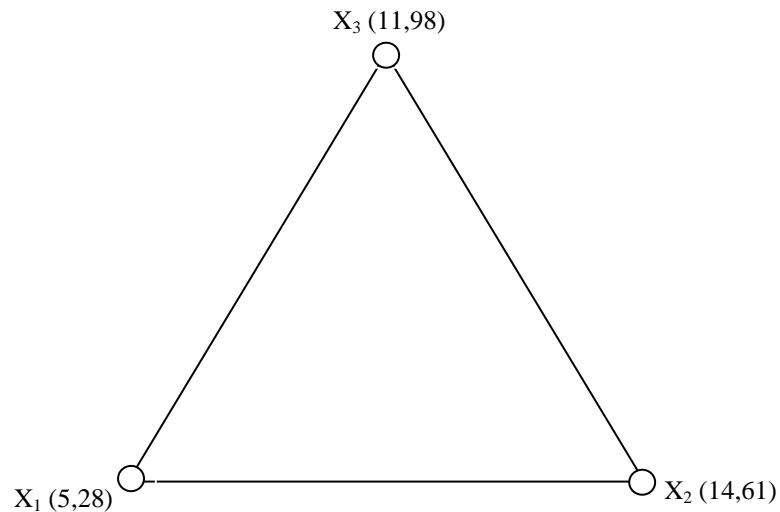


Figura A.37 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da resistência à compressão (MPa)

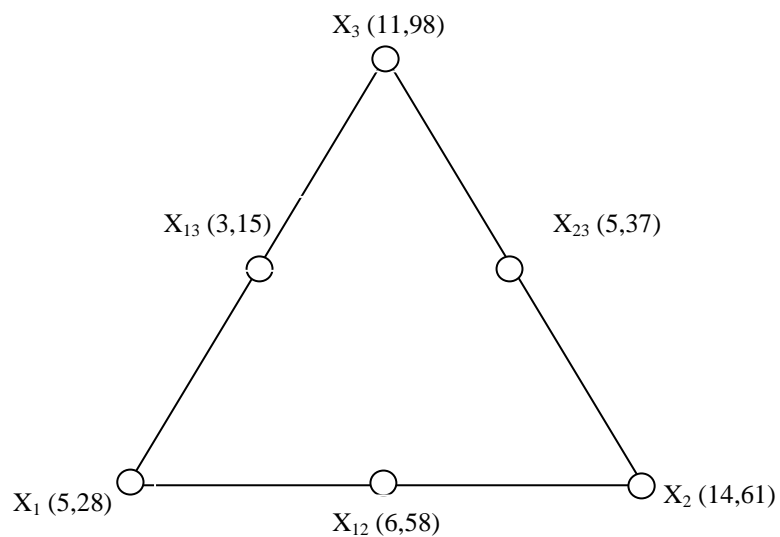


Figura A.38 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da resistência à compressão (MPa)

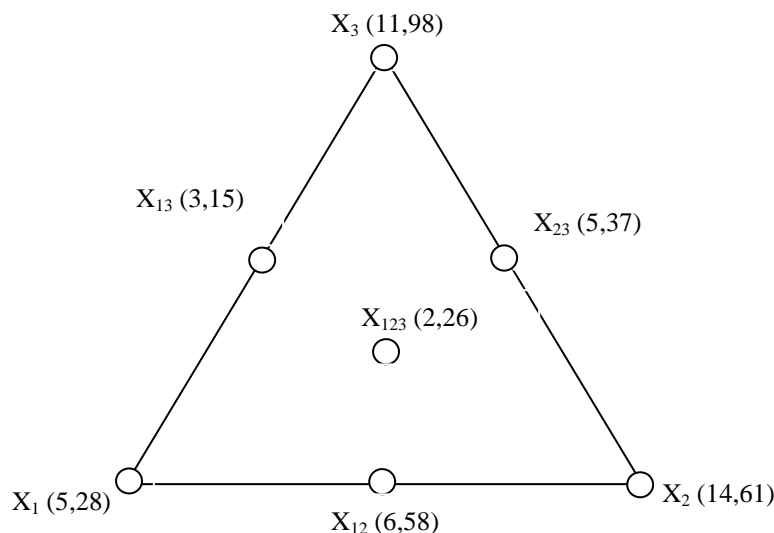


Figura A.39 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da resistência à compressão (MPa)

As Equações da Tabela A.26 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo, e são representados na Tabela A.26.

Tabela A.26 – equações dos modelos

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = +2,62 * x_1 + 10,97 * x_2 + 7,49 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 5,34 * x_1 + 14,67 * x_2 + 12,04 * x_3 - 14,73 * x_1 * x_2 - 23,16 * x_1 * x_3 - 32,94 * x_2 * x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 5,28 * x_1 + 14,61 * x_2 + 11,97 * x_3 - 13,48 * x_1 * x_2 - 21,91 * x_1 * x_3 - 31,69 * x_2 * x_3 - 24,66 * x_1 * x_2 * x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações apresentadas na Tabela A.27, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial

respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.5).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{A.5})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

De acordo com os itens todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos. Porém o modelo cúbico especial necessita de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.28 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.28 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	2,62	2,49	2,75	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_2	10,97	10,42	11,52			
b_3	7,49	7,12	7,86			
Equação	$\hat{y} = +2,62 \cdot x_1 + 10,97 \cdot x_2 + 7,49 \cdot x_3$					
b_1	5,34	5,07	5,61	QUADRÁTICO	CÚBICO	
b_2	14,67	13,94	15,40			
b_3	12,04	11,44	12,64			
b_{12}	-14,73	-13,99	-15,47			
b_{13}	-23,16	-22,00	-24,32			
b_{23}	-32,94	-31,29	-34,59			
Equação	$\hat{y} = 5,34 \cdot x_1 + 14,67 \cdot x_2 + 12,04 \cdot x_3 - 14,73 \cdot x_1 \cdot x_2 -$					

23,16*x ₁ *x ₃ -32,94*x ₂ *x ₃			
b ₁	5,34	5,07	5,61
b ₂	14,67	13,94	15,40
b ₃	12,04	11,44	12,64
b ₁₂	-14,73	-13,99	-15,47
b ₁₃	-23,16	-22,00	-24,32
b ₂₃	-32,94	-31,29	-34,59
b ₁₂₃	0	0	0
Equação	$\hat{y}=5,34*x_1+14,67*x_2+12,04*x_3-14,73*x_1*x_2-23,16*x_1*x_3-32,94*x_2*x_3$		

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.40, A.41 e A.42 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear e quadrático, porém o modelo cúbico especial foi ajustado. Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de p=0,05 de probabilidade são significativos.

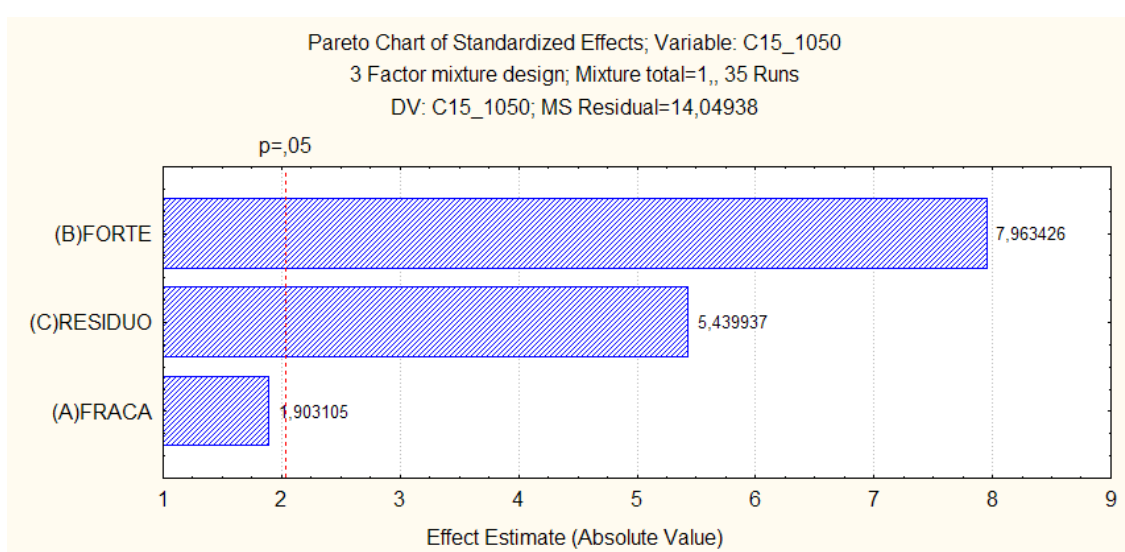


Figura A.40 – Significância dos parâmetros do modelo linear

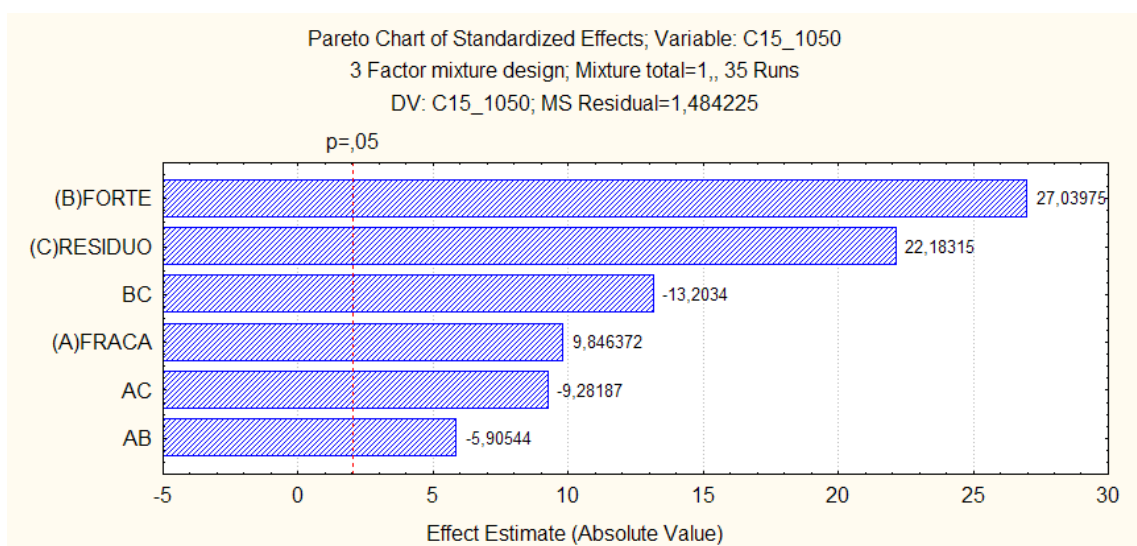


Figura A.41 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

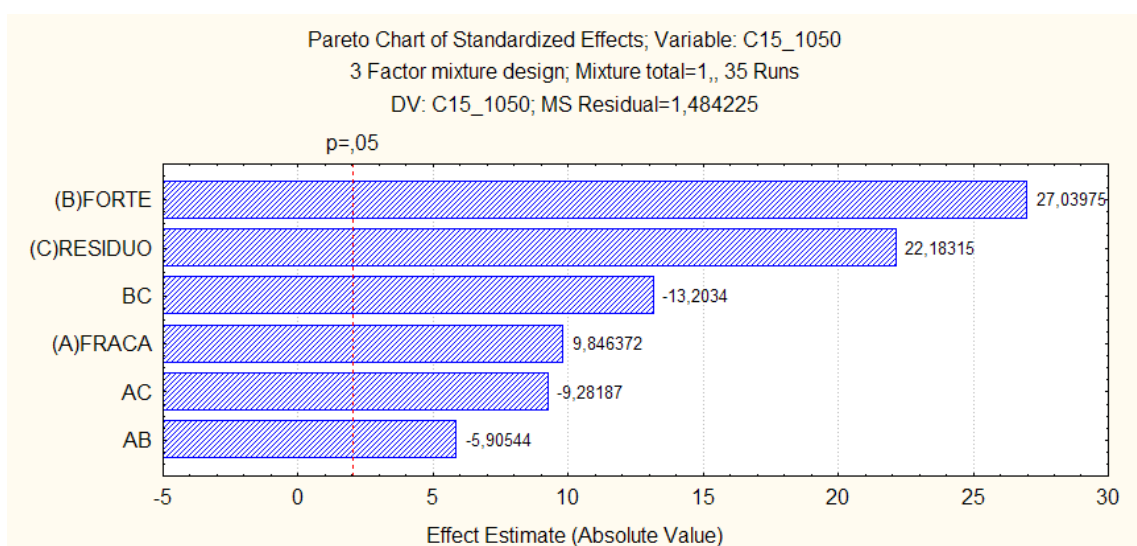


Figura A.42 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a descrita na Tabela A.28, já no modelo quadrático seis e o modelo cúbico especial sete experimentos. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.29 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.29 - Anova

ANOVA; Var.:C15_1050 (compressao.sta)
3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 35 Runs
(Some terms were excluded from the respective full models)

Modelos	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	Adjusted
Linear	220,10	2	110,05	449,58	32	14,04	7,83	0,001702	0,3286	0,2867
Quadrático	406,53	3	135,51	43,042	29	1,48	91,30	7,07E-15	0,9357	0,9246
Cúbico Especial	0	0	0	43,042	29	1,48			0,9357	0,9246
Total Adjusted	669,68	34	19,696							

Analisando a Tabela A.29 verifica-se os modelos lineares e quadráticos são estatisticamente significativos porém o cúbico especial não. Para os valores significativos, o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo quadrático com 92,46%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.43 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo quadrático o qual apresentou melhor resposta.

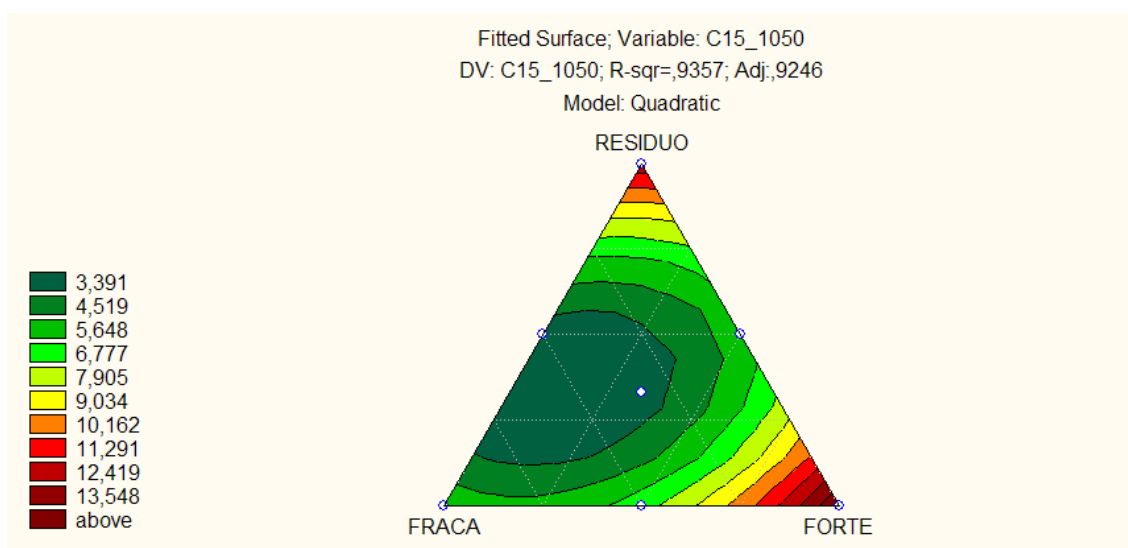


Figura A.43 – Superfície de resposta do modelo quadrático para resistência à compressão (MPa) a prensagem de 15T e queima de 1050°C

5.7.3 - Compressão 100T a 850°C

Na Tabela A.30 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.30 – Pontos experimentais.

				Modelos		
Pontos	x_1	x_2	x_3	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0			
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0			
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333			

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as unidades são mostrados na Figura A.44, A.45 e A.46.

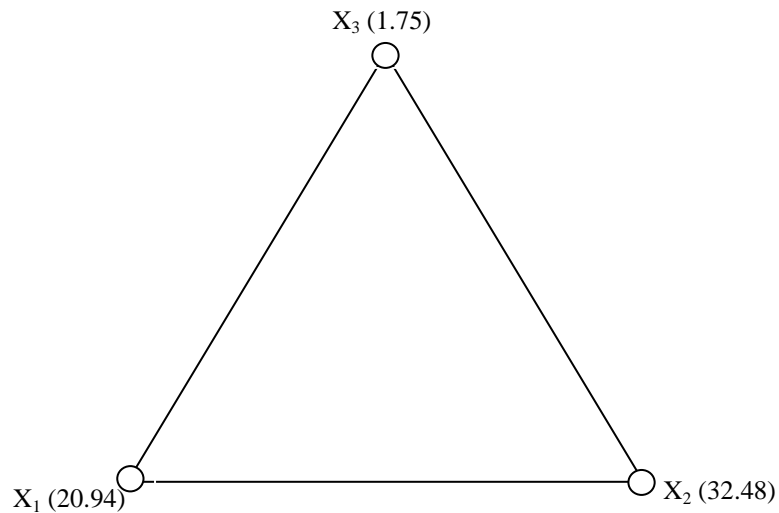


Figura A.44 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da resistência à compressão (MPa)

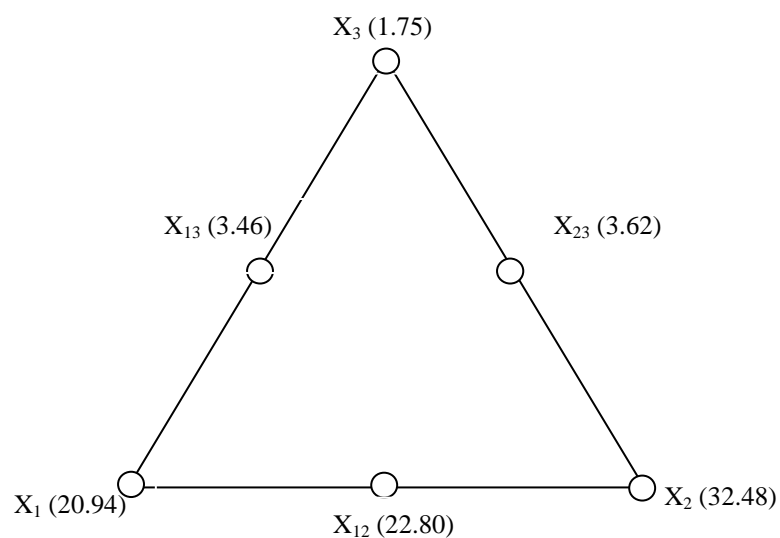


Figura A.45 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da resistência à compressão (MPa)

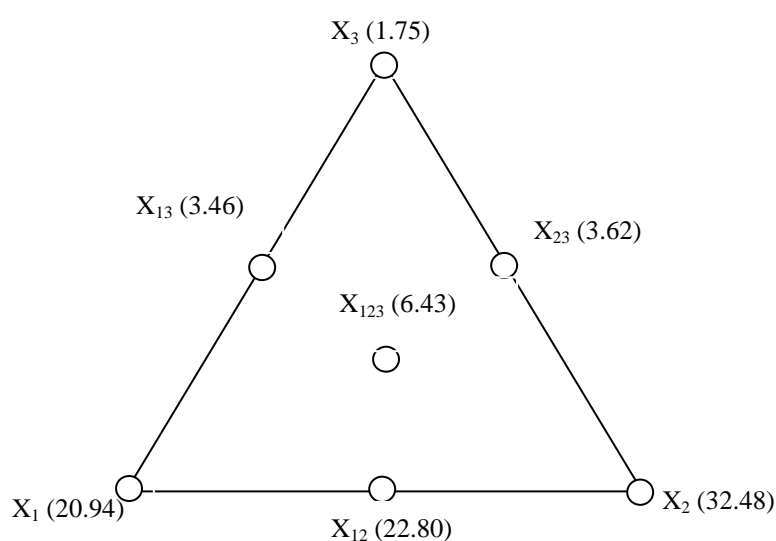


Figura A.46 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da resistência à compressão (MPa)

As Equações 1, 2 e 3 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo, e são representados na Tabela A.31.

Tabela A.31 – Equações dos modelos

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 17,64 * x_1 + 26,95 * x_2 - 5,38 * x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 20,99 * x_1 + 32,54 * x_2 + 1,79 * x_3 - 16,62 * x_1 * x_2 - 32,51 * x_1 * x_3 - 54,97 * x_2 * x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 20,94 * x_1 + 32,49 * x_2 + 1,75 * x_3 - 15,65 * x_1 * x_2 - 31,54 * x_1 * x_3 - 53,99 * x_2 * x_3$

$$-19,29 \cdot x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações descritas na Tabela A.31, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação A.5).

$$b \pm t_{n-p} \cdot x \text{ (erro padrão)} \quad (\text{A.5})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

De acordo com os itens todos os parâmetros do modelo linear e quadrático pertencem aos intervalos de confiança e são significativos. Porém o modelo cúbico especial necessita de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.32 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.32 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b_1	17,64	16,76	18,52			
b_2	26,95	25,60	28,30			
b_3	-5,38	-5,11	-5,65			

Equação	$\hat{y} = 17,64*x_1 + 26,95*x_2 - 5,38*x_3$		
b ₁	20,99	19,94	22,04
b ₂	32,54	30,91	34,17
b ₃	1,79	1,70	1,88
b ₁₂	-16,62	-15,79	-17,45
b ₁₃	-32,51	-30,88	-34,14
b ₂₃	-54,97	-52,22	-57,72
Equação	$\hat{y} = 20,99*x_1 + 32,54*x_2 + 1,79*x_3 - 16,62*x_1*x_2 - 32,51*x_1*x_3 - 54,97*x_2*x_3$		
b ₁	20,99	19,94	22,04
b ₂	32,54	30,91	34,17
b ₃	1,79	1,70	1,88
b ₁₂	-16,62	-15,79	-17,45
b ₁₃	-32,51	-30,88	-34,14
b ₂₃	-54,97	-52,22	-57,72
b ₁₂₃	0	0	0
Equação	$\hat{y} = 20,99*x_1 + 32,54*x_2 + 1,79*x_3 - 16,62*x_1*x_2 - 32,51*x_1*x_3 - 54,97*x_2*x_3$		

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.47, A.48 e A.49 comprova graficamente a significância dos parâmetros do modelo linear e quadrático, porém o modelo cúbico especial foi ajustado. Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

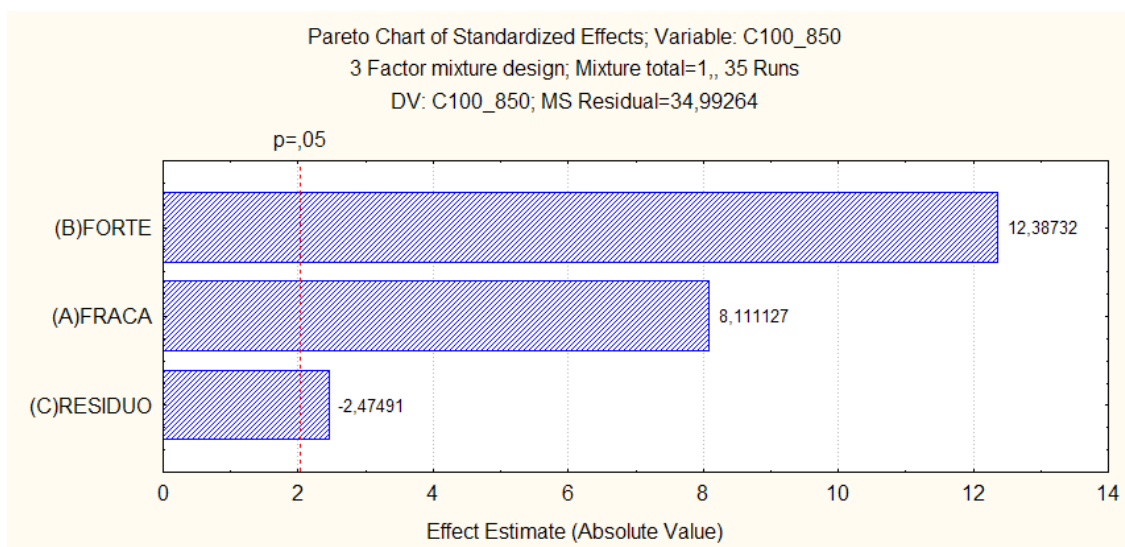


Figura A.47 – Significância dos parâmetros do modelo linear

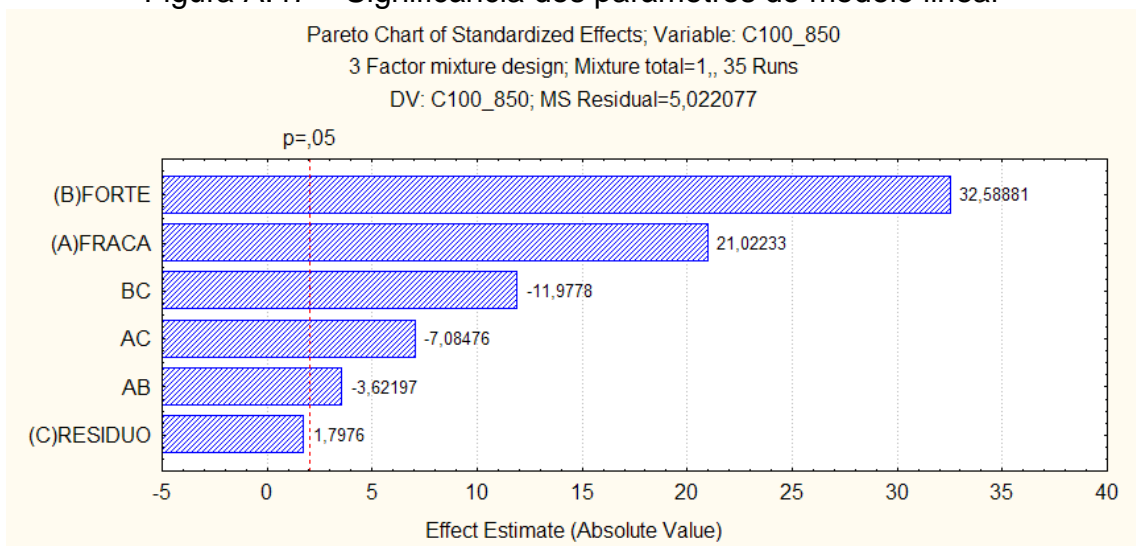


Figura A.48 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

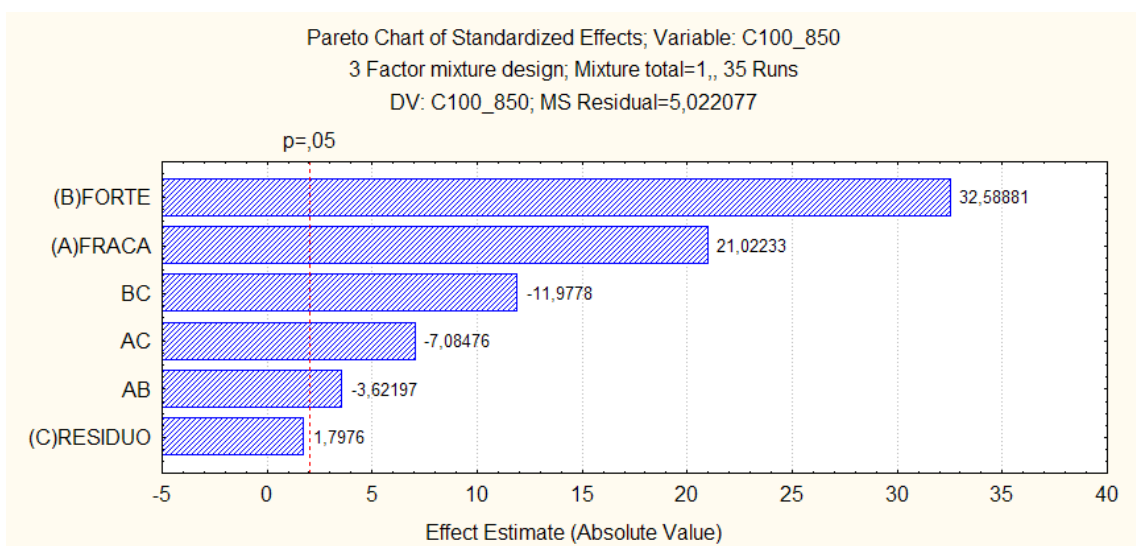


Figura A.49 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a Equação descritas na Tabela A.31, já no modelo quadrático seis experimentos e o modelo cúbico especial sete experimentos. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete

pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.32 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.32 - Anova

ANOVA; Var.:C100_850 (compressao.sta)										
3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 35 Runs										
(Some terms were excluded from the respective full models)										
Modelos	SS	Df	MS	SS	df	MS	F	p	R-Sqr	R-Sqr
	Effect	Effect	Effect	Error	Error	Error			Adjusted	Adjusted
Linear	3462,84	2	1731,42	1119,76	32	34,99	49,479	1,62E-10	0,7556	0,7403
Quadratic	974,12	3	324,70	145,640	29	5,022	64,656	5,9E-13	0,9682	0,9627
Special Cubic	0	0	0	145,640	29	5,022			0,9682	0,9627
Total Adjusted	4582,61	34	134,78							

Analisando a Tabela A.32 verifica-se os modelos lineares e quadraticos são estatisticamente significativos porém o cúbico especial não. Para os valores significativos, o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo quadrático com 96,82%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.50 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo quadrático o qual apresentou melhor resposta.

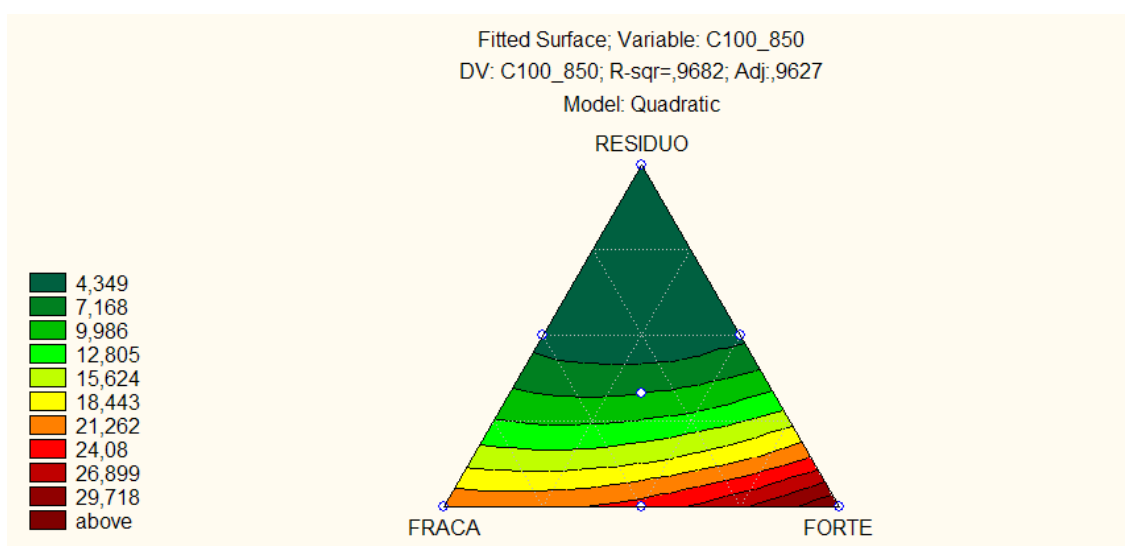


Figura A.50 – Superfície de resposta do modelo quadrático para resistência à compressão (MPa) a prensagem de 100T e queima de 850°C

5.7.4 - Compressão 100T a 1050°C

Na Tabela A.33 são apresentados os pontos experimentais para cada modelo.

Tabela A.33 – Pontos experimentais.

Pontos	x_1	x_2	x_3	Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_1	1	0	0	LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
y_2	0	1	0			
y_3	0	0	1			
y_{12}	0,5	0,5	0	QUADRÁTICO		
y_{13}	0,5	0	0,5			
y_{23}	0	0,5	0,5			
y_{123}	0,333	0,333	0,333	CÚBICO		

O planejamento em rede simplex e os resultados médios obtidos para as unidades são mostrados na Figura A.51, A.52 e A.53.

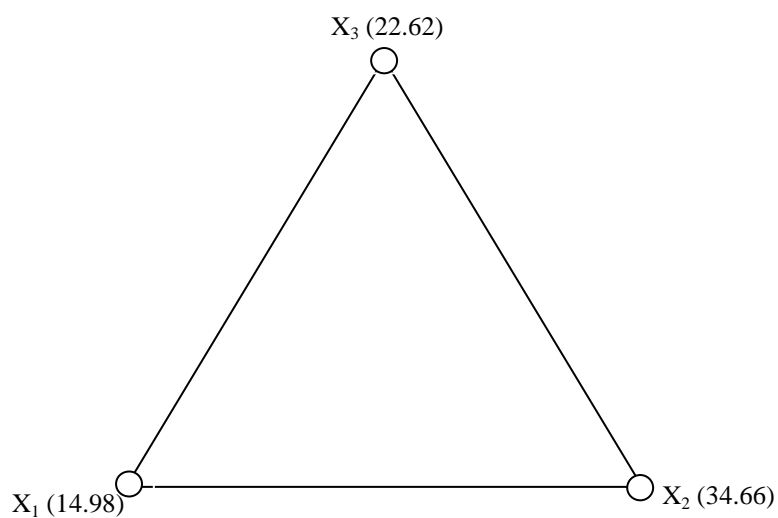


Figura A.51 – Planejamento em rede simplex do modelo linear com valores médios da resistência à compressão (MPa)

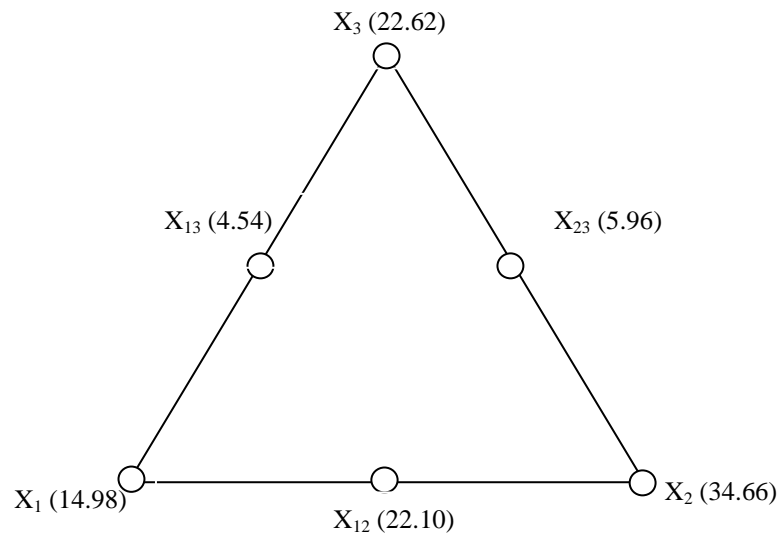


Figura A.52 – Planejamento em rede simplex do modelo quadrático com valores médios da resistência à compressão (MPa)

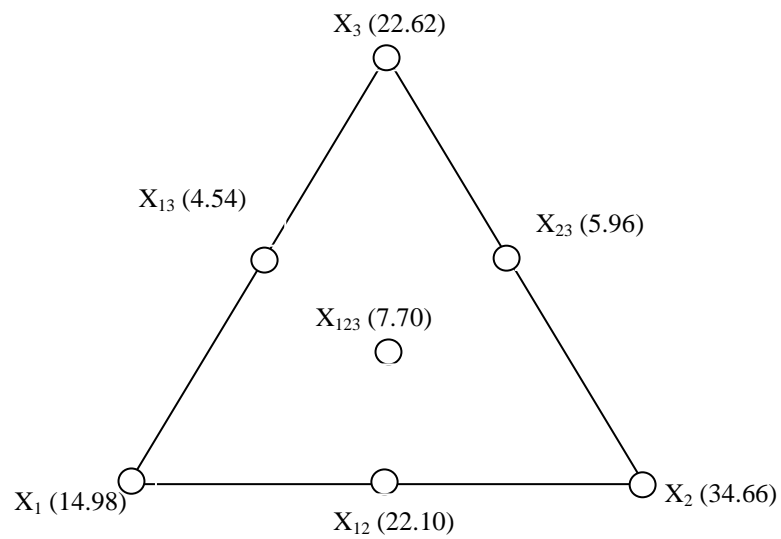


Figura A.53 – Planejamento em rede simplex do modelo cúbico especial com valores médios da resistência à compressão (MPa)

As Equações da Tabela A.34 representam os pontos da região experimental estimados pelos modelo, e são representados na Tabela A.35.

Tabela A.35 – Equações dos modelos

Modelo	Equação
Linear	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 10,75x_1 + 27,07x_2 + 10,41x_3$
Quadrático	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 14,89x_1 + 34,57x_2 + 22,54x_3 - 9,17x_1x_2 - 55,36x_1x_3 - 89,03x_2x_3$
Cúbico Especial	$\hat{y} = b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$ (Padrão) $\hat{y} = 14,97x_1 + 34,66x_2 + 22,62x_3 - 10,86x_1x_2 - 57,05x_1x_3 - 90,72x_2x_3 + 33,42x_1x_2x_3$

Onde:

\hat{y} – resposta estimada pelo modelo;

b_i – parâmetros do modelo;

x_i – proporção de materiais utilizado na mistura

Após os cálculos dos parâmetros, obteve-se as Equações descritas na Tabela 5.36, referentes aos modelos linear, quadrático e cúbico especial respectivamente, os quais estimam as respostas conforme variam as proporções dos componentes da peça, para a área experimental estudada definida pelos pseudocomponentes.

Intervalos de confiança

Foi admitido que os erros se distribuem normalmente, assim, empregou-se a distribuição de *Student*, para testar a significância dos parâmetros b_i do modelo ao nível 95% de confiança. (Equação E.6).

$$b \pm t_{n-p} \times (\text{erro padrão}) \quad (\text{E.6})$$

Onde:

b – parâmetro;

t_{n-p} – distribuição t com n-p graus de liberdade (Tabela A1, Apêndice I);

n – número total de observações;

p – número de parâmetros do modelo.

De acordo com os itens todos os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança e são significativos. Porém o modelo cúbico especial necessita de ajuste. Portanto encontramos na Tabela A.36 os modelos com ajustes e as novas equações.

Tabela A.36 – Parâmetros ajustados e intervalos de confiança dos modelos.

Respostas		Intervalos de confiança 95% Student		Modelos		
				LINEAR	QUADRÁTICO	CÚBICO
b ₁	10,75	10,21	11,29	LINEAR		
b ₂	27,07	25,72	28,42			
b ₃	10,41	9,89	10,93			
Equação	$\hat{y} = 10,75 \cdot x_1 + 27,07 \cdot x_2 + 10,41 \cdot x_3$					
b ₁	14,08	13,38	14,78	QUADRÁTICO		
b ₂	33,76	32,07	35,45			
b ₃	22,60	21,47	23,73			
b ₁₂	0	0	0			
b ₁₃	-54,93	-52,18	-57,68			
b ₂₃	-88,61	-84,18	-93,04			
Equação	$\hat{y} = 14,08 \cdot x_1 + 33,76 \cdot x_2 + 22,60 \cdot x_3 - 54,93 \cdot x_1 \cdot x_3 - 88,61 \cdot x_2 \cdot x_3$					
b ₁	14,08	13,38	14,78	CÚBICO		
b ₂	33,76	32,07	35,45			
b ₃	22,60	21,47	23,73			
b ₁₂	0	0	0			
b ₁₃	-54,93	-52,18	-57,68			
b ₂₃	-88,61	-84,18	-93,04			
b ₁₂₃	0	0	0			
Equação	$\hat{y} = 14,08 \cdot x_1 + 33,76 \cdot x_2 + 22,60 \cdot x_3 - 54,93 \cdot x_1 \cdot x_3 - 88,61 \cdot x_2 \cdot x_3$					

O diagrama de Pareto, representado nas Figura A.54, A.55 e A.56 comprova graficamente a significância do parâmetro do modelo linear, porém o modelo quadrático e cúbico especial foi ajustado. Os valores ao lado dos retângulos são relativos ao teste t, de forma que os valores que se encontram ao lado direito da linha de $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

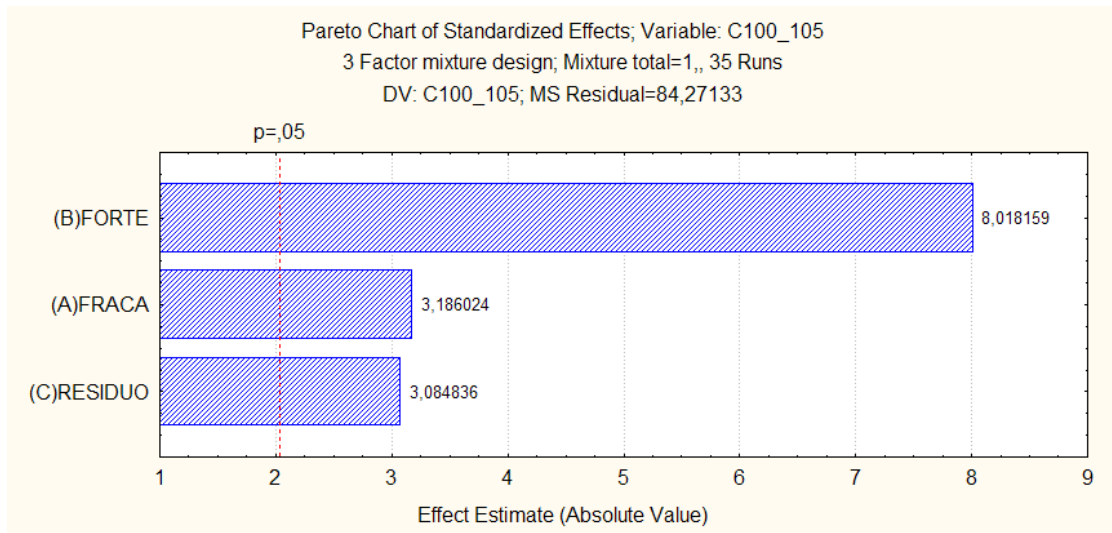


Figura A.54 – Significância dos parâmetros do modelo linear

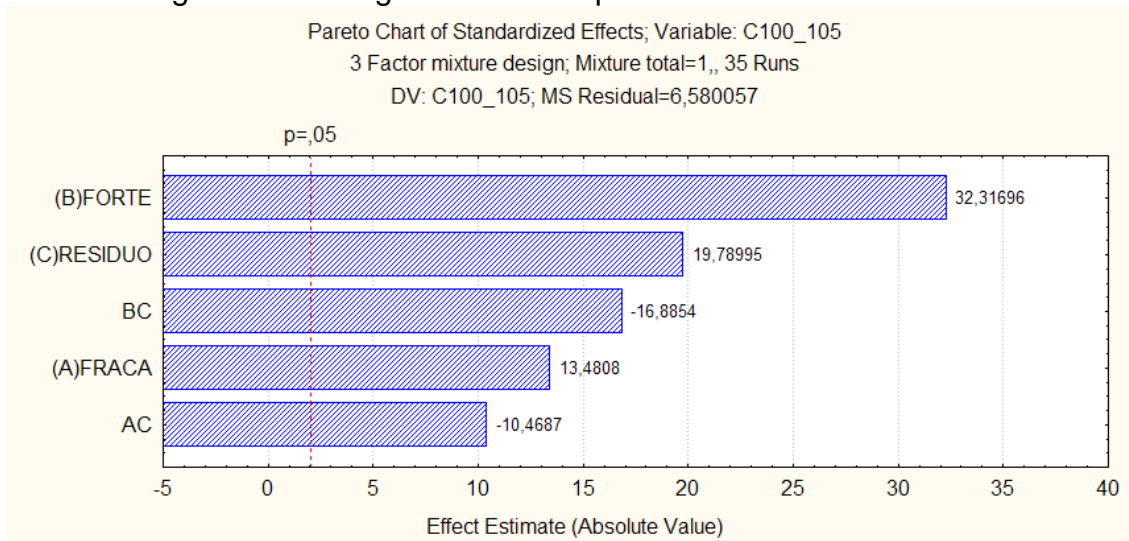


Figura A.55 – Significância dos parâmetros do modelo quadrático

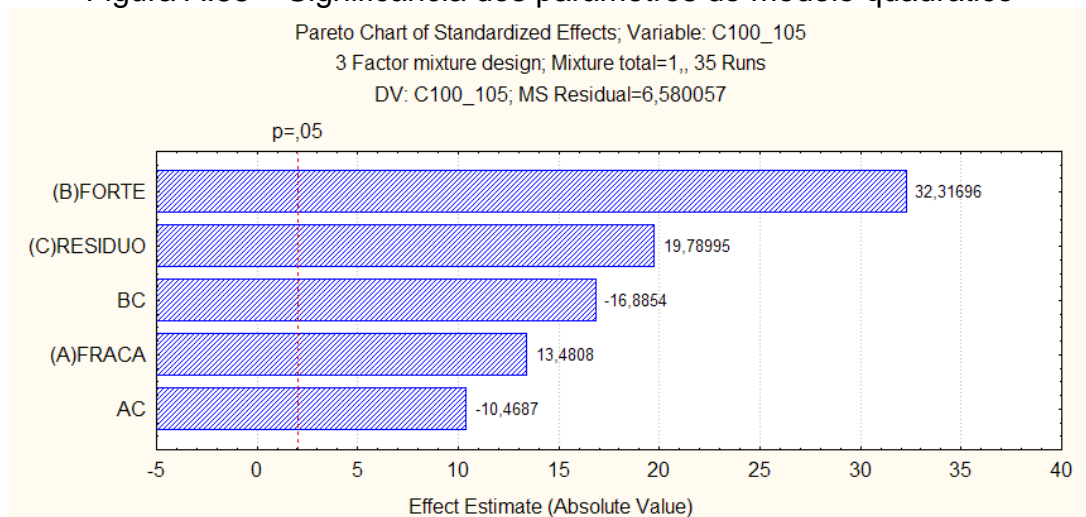


Figura A.56 – Significância dos parâmetros do modelo cúbico especial

Análise do modelo

Com a equação do modelo definida, é avaliada sua eficiência. No caso do modelo linear, foram necessários três experimentos para chegar-se a Equação descritas na Tabela A.36, já no modelo quadrático seis experimentos e o modelo cúbico especial sete experimentos. Calculando-se com estas equações e comparando-os com as respostas das misturas obtidas na realização dos experimentos. Com finalidade de verificar a existência de diferença estatística entre os resultados obtidos pelo modelo linear (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de regressão de variância (ANOVA), considerando sete pontos experimentais, com cinco repetições cada um, no interior da superfície de resposta em questão. A Tabela A.37 mostra os resultados obtidos.

Tabela A.37 – Anova

ANOVA; Var.:C100_105 (compressao.sta)
3 Factor mixture design; Mixture total=1,, 35 Runs
(Some terms were excluded from the respective full models)

Modelos	SS Effect	df Effect	MS Effect	SS Error	df Error	MS Error	F	p	R-Sqr	Adjusted
Linear	1132,48	2	566,24	2696,68	32	84,27	6,71	0,003661	0,2957	0,2517
Quadratic	2499,28	2	1249,64	197,40	30	6,58	189,91	9,29E-18	0,9484	0,9415
Special Cubic	0	0	0	197,40	30	6,58			0,9484	0,9415
Total Adjusted	3829,16	34	112,62							

Analisando a Tabela A.37 verifica-se os modelos lineares e quadráticos são estatisticamente significativos porém o cúbico especial não. Para os valores significativos, o valor do coeficiente R^2 , que representa o ajuste do modelo aos resultados reais que melhor se ajustou foi o modelo quadrático com 94,84%, que não é de 100%, por causa da contribuição devida ao erro puro.

Superfície de respostas

A Figura A.57 apresenta a superfície de respostas gerada pelo modelo quadrático o qual apresentou melhor resposta.

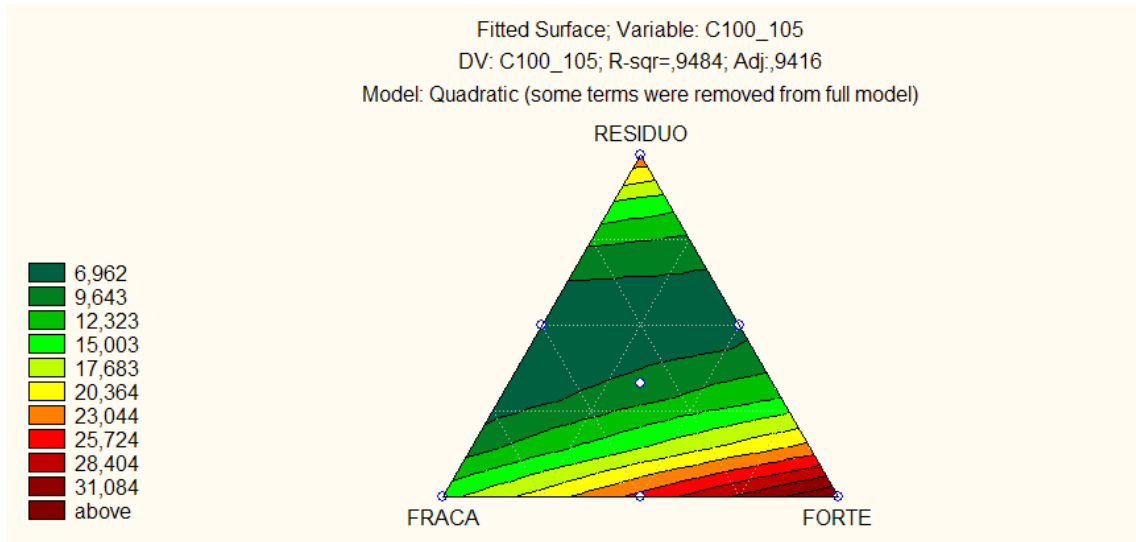


Figura A.57 – Superfície de resposta do modelo quadrático para resistência à compressão (MPa) a prensagem de 100T e queima de 1050°C

ANEXO A2

Parâmetros dos polinômios

Os parâmetros de um modelo polinomial são obtidos resolvendo-se o sistema de $\frac{(q+m-1)}{m}$ equações. O número de equações do sistema corresponde ao número de parâmetros da equação polinomial, ao número de pontos da Rede Simplex e, conseqüentemente, ao número de respostas observadas.

Para o caso deste trabalho, por exemplo, onde serão analisados três componentes ou fatores ($q = 3$) e, adotando o modelo quadrático, a equação polinomial é:

$$y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 \quad (\text{A2.1})$$

onde:

$$y_1 = \beta_1; y_2 = \beta_2; y_3 = \beta_3;$$

$$y_{12} = \beta_1(1/2) + \beta_2(1/2) + \beta_{12}(1/4);$$

$$y_{13} = \beta_1(1/2) + \beta_3(1/2) + \beta_{13}(1/4);$$

$$y_{23} = \beta_2(1/2) + \beta_3(1/2) + \beta_{23}(1/4).$$

Representação matricial

Quando o número de componentes de uma rede é elevado, ou o polinômio tem grau maior que dois, torna-se difícil a representação do sistema de equações. Assim, representa-se o modelo polinomial por uma única equação matricial:

$$y = X\beta \quad (\text{A2.2})$$

onde,

y – matriz das respostas observadas em função das misturas;

X – matriz das misturas feitas (variáveis controladas);

β – parâmetros do modelo a partir das respostas observadas.

Análises estatísticas: avaliação dos modelos

Para testar a eficiência dos modelos alguns testes estatísticos podem ser empregados, de acordo com a filosofia de planejamento e otimização de experimentos (Barros Neto, 1995).

Análises de variância

O modelo ideal para representar um planejamento experimental é aquele que não deixaria resíduo algum, sendo assim, os resultados observados nos experimento seriam idênticos aos estimados pelo modelo.

A observação do resíduo (o quanto o modelo se afasta dos valores observados) é fundamental na avaliação da eficiência de qualquer modelo. A avaliação dessa eficiência começa pela análise dos desvios das observações em relação à média global.

O desvio de um valor observado em relação à média de todas as observações ($y_i - \bar{y}$) pode ser decomposta em duas parcelas (Equação A2.3).

$$(y_i - \bar{y}) = (\hat{y}_i - \bar{y}) + (y_i - \hat{y}_i) \quad (\text{A2.3})$$

O termo $(\hat{y}_i - \bar{y})$ da equação representa o afastamento da previsão global do modelo para o ponto \hat{y}_i , em relação à média global, \bar{y} .

A diferença entre o valor observado e o valor previsto pelo modelo é obtida por $(y_i - \hat{y}_i)$. O modelo que melhor se ajusta ao experimento é aquele em que essa diferença for a menor possível, conduzindo a valores próximos para os desvios $(y_i - \bar{y})$ e $(\hat{y}_i - \bar{y})$, assim, as previsões estariam próximas das observações realizadas no experimento.

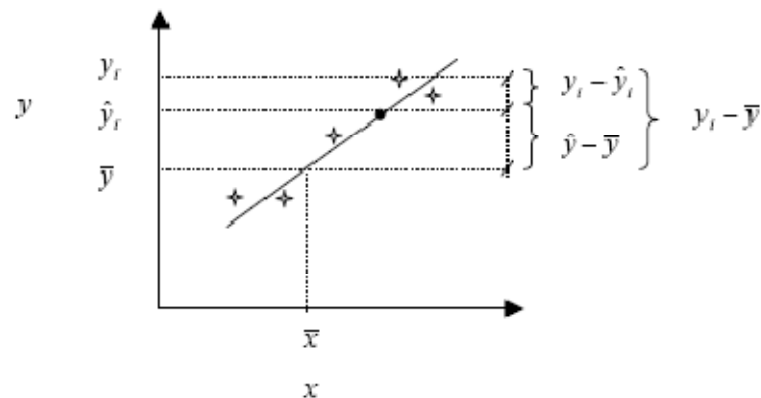


Figura A1-Avaliação do resíduo em relação à média global

A comparação entre os desvios é quantificada de acordo com a Equação A2.4, obtendo o somatório sobre todos os pontos, considerando que o somatório dos produtos é igual a zero. Assim sendo,

$$\sum (y_i - \bar{y})^2 = \sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2 + \sum (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (\text{A2.4})$$

As somas quadráticas $[SQ_T]$, Equação A2.5, referem-se às somas dos quadrados dos desvios.

$$[SQ_T] = [SQ_R] + [SQ_r] \quad (\text{A2.5})$$

onde:

$[SQ_T]$ = Soma quadrática em torno da média;

$[SQ_R]$ = Soma quadrática devido à regressão;

$[SQ_r]$ = Soma quadrática residual.

A Equação A2.5 quer dizer que, uma parte da variação total dos valores observados no experimento (y_i), em torno da média, é em parte devida à regressão e o restante aos resíduos. Quanto maior for a parcela descrita pela regressão, melhor será o ajuste do modelo, quantificada pela Equação A2.6.

$$R^2 = \frac{SQ_R}{SQ_r} \quad (\text{A2.6})$$

Quanto mais próximo de 1 for o valor de R^2 , menor será a parcela descrita pelos resíduos, e, a variação em torno da média será explicada por uma maior contribuição da regressão.

Associado às somas quadráticas, tem-se um determinado número de graus de liberdade, que indica quantos valores independentes envolvendo as n observações $y_1, y_2, y_3 \dots y_n$ são necessárias para determiná-las. O número de graus de liberdade para a soma quadrática total dos n desvios em relação à média é $(n - 1)$.

O número de graus de liberdade da soma quadrática devido à regressão $[SQ_R]$ é igual ao número de parâmetros menos um $(p - 1)$ e o devido aos resíduos é a diferença entre o número de observações e o número de parâmetros $(n - p)$.

As médias quadráticas são obtidas dividindo as somas quadráticas pelos respectivos graus de liberdade.

Significância estatística da regressão

Se os erros seguem uma distribuição normal, pode-se testar se a equação de regressão é estatisticamente significativa, através da análise de variância, usando as médias quadráticas.

A razão entre as médias quadráticas MQ_R e MQ_r , quando não existe uma relação entre X e y ($\beta = 0$), segue uma distribuição F .

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} \cong F_{n_1, n_2} \quad (\text{A2.7})$$

onde:

n_1 = graus de liberdade da média quadrática devido à regressão;

n_2 = graus de liberdade da média quadrática devido aos resíduos.

Quando $MQ_R / MQ_r > F_{n_1, n_2}$, significa que a possibilidade de $\beta = 0$ deve ser descartada, isto é, caso exista uma evidência estatística suficiente de relação linear entre X e y , pode acontecer que uma regressão, embora significativa do ponto de vista do teste F, não seja útil para realizar previsões, por cobrir uma faixa pequena dos fatores estudados.

Para que uma regressão não seja apenas estatisticamente significativa, mas também útil para preditivos, o valor de MQ_R / MQ_r deve ser comparado com no mínimo quatro a cinco vezes o valor de F_{n_1, n_2} .

Falta de ajuste e erro puro

Quando se trata de observações repetidas, podem ocorrer erros aleatórios, quaisquer que seja o modelo analisado, pois ele não pode passar ao mesmo tempo por todas as observações, deixando resíduos que, em parte, poderão ser atribuídos aos erros aleatórios. Assim, o resíduo total decorrente do modelo analisado, poderá ser decomposto em duas partes: uma devida à falta de ajuste do modelo e outra devido aos erros. Pode-se reduzir os erros devidos à falta de ajuste através do aperfeiçoamento do modelo, o que não ocorre para o erro puro.

$$SQ_r = SQ_{ep} + SQ_{faj} \quad (\text{A2.8})$$

onde:

SQ_r = Soma quadrática do resíduo;

SQ_{ep} = Soma quadrática devido ao erro puro;

SQ_{faj} = Soma quadrática devido à falta de ajuste.

O número de graus de liberdade devido ao erro puro é $(n - m)$ e, devido à falta de ajuste é $(n - p)$.

onde:

n = número total de observações;
 m = número de níveis da variável independente;
 p = número de parâmetros do modelo.

Porcentagem de variação explicada pela regressão

As somas quadráticas, os graus de liberdade e as médias quadráticas são normalmente reunidas em uma tabela que é chamada de Tabela de Análise de Variância ou ANOVA, (Analysis of Variance), como apresentado na Tabela A2.2.

Tabela A2.2: Análise de variância (ANOVA)

Fonte de Variação	Soma Quadrática	Nº de graus de liberdade	Média Quadrática
Regressão	$SQ_R = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (\hat{y}_i - \bar{y})^2$	$p - 1$	$MQ_R = SQ_R / (p - 1)$
Resíduos	$SQ_r = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_i - \hat{y}_i)^2$	$n - p$	$MQ_r = SQ_r / (n - p)$
Falta de ajuste	$SQ_{faj} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (\hat{y}_i - \bar{y}_i)^2$	$m - p$	$MQ_{faj} = SQ_{faj} / (m - p)$
Erro puro	$SQ_{ep} = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$	$n - m$	$MQ_{ep} = SQ_{ep} / (n - m)$
Total	$SQ_T = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y})^2$	$n - 1$	

% de variação explicada: SQ_R / SQ_T

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep}) / SQ_T$

onde: y = valores observados; \hat{y} = valores previstos pelo modelo; \bar{y} = valores médios observados.

Para avaliar se o modelo está ou não bem ajustado, basta realizar um teste F da razão MQ_{faj} / MQ_{ep} . Os valores de F são encontrados em tabelas de livros estatísticos e são obtidos usando-se como entrada os graus de liberdade e os níveis de segurança propostos.