

**ANÁLISE DE MISTURAS E CARACTERIZAÇÃO DE MATÉRIA-
PRIMA PARA A INDÚSTRIA DA CERÂMICA VERMELHA**

RAFAEL ANDRADE FREITAS

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY
RIBEIRO – UENF**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
MARÇO – 2013**

ANÁLISE DE MISTURAS E CARACTERIZAÇÃO DE MATÉRIA-PRIMA PARA A INDÚSTRIA DA CERÂMICA VERMELHA

RAFAEL ANDRADE FREITAS

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

Orientador: Prof. Jonas Alexandre

Co-Orientador: Prof. Gustavo de Castro Xavier

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
MARÇO – 2013

ANÁLISE DE MISTURAS E CARACTERIZAÇÃO DE MATÉRIA-PRIMA PARA A INDÚSTRIA DA CERÂMICA VERMELHA

RAFAEL ANDRADE FREITAS

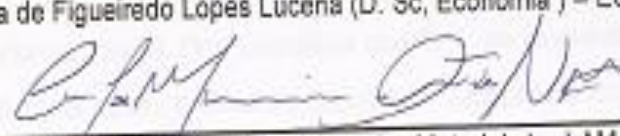
Dissertação apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das para a obtenção de título de Mestre em Engenharia Civil.

Aprovada em 22 de Março de 2013

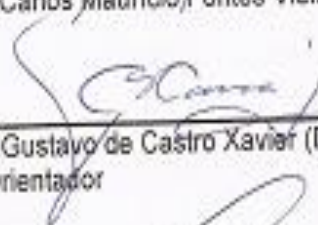
Comissão Examinadora:



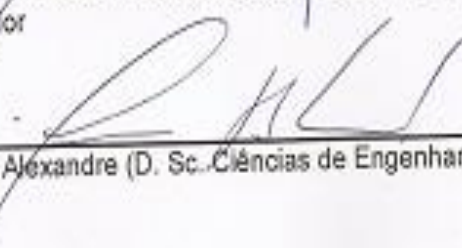
Luciana de Figueiredo Lopes Lucena (D. Sc, Economia) – ECT/UFRN



Prof. Carlos Mauricio Fontes Vieira (D. Sc, Materiais) – LAMAV/UENF



Prof. Gustavo de Castro Xavier (D. Sc, Engenharia Civil) – CCT/UENF
Co-Orientador



Prof. Jonas Alexandre (D. Sc, Ciências de Engenharia) – CCT/UENF
Orientador

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **José Carlos de O. Freitas e Rose Mary T. A. Freitas**, por sempre lutarem pela minha educação.

Ao meu querido irmão, **Thiago A. Freitas**, por sempre alegrar o dia.

A minha namorada, **Dra. Carolline dos S. T. de Azevedo**, devido ao seu incondicional apoio, estímulo e certeza do sucesso no término desta árdua tarefa.

AGRADECIMENTOS

Meus sinceros agradecimentos:

A Deus, primeiramente, minha luz;

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Estadual do Norte Fluminense por me conceder a oportunidade;

A CAPES e à FAPERJ pelos recursos financeiros disponibilizados ao longo do desenvolvimento desse trabalho;

Ao Laboratório de Engenharia Civil – LECIV, por oferecer condições ideais para a realização deste trabalho, e aos técnicos Milton Pereira Soares e Vanuzia Almeida dos Santos Ferreira;

Ao Laboratório de Materiais Avançados – LAMAV, por realizar alguns ensaios importantes para a concretização desse trabalho e à técnica Luciana Lezira Pereira de Almeida;

Agradecimento especial ao meu orientador, Prof. D. Sc. Jonas Alexandre, por sempre acreditar na conclusão desse trabalho, compreendendo as dificuldades e me orientando com a firmeza e paciência, e por conseguir me colocar no rumo certo. Obrigado a tudo;

Ao co-orientador Prof. D. Sc. Gustavo de Castro Xavier, por sua presença e motivação ao longo do desenvolvimento deste trabalho;

A todos os professores e funcionários do LECIV por seus ensinamentos;

A todos os amigos que sempre incentivaram a conclusão deste trabalho.

“Melhor lutar por algo, do que viver para nada.”

Winston Churchill

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	I
ÍNDICE DE TABELAS	III
RESUMO.....	VI
ABSTRACT.....	VII
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	1
1.1 – CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	1
1.2 – OBJETIVO GERAL E ESPECÍFICO	2
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 – A HISTÓRIA DA CERÂMICA VERMELHA	4
2.2 – PROCESSO DE FABRICAÇÃO.....	6
2.3 – ARGILAS COMO MATERIAL PARA A INDÚSTRIA DA CERÂMICA VERMELHA	9
2.4 – ENSAIOS TECNOLÓGICOS	11
2.4.1 – Análise Química.....	11
2.4.2 – Difração de Raios X.....	12
2.4.3 – Análise Térmica	14
2.5 – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DAS MISTURAS.....	15
2.6 – PUBLICAÇÕES RELEVANTES PARA A PESQUISA.....	20

CAPÍTULO 3 - PROGRAMA EXPERIMENTAL.....	26
3.1 – Considerações Iniciais	26
3.1.1 – Fluxograma Do Trabalho	26
3.2 – Seleção e preparação do solo.....	27
3.3 – Estudo da Matéria-prima coletada	27
3.3.1 – Caracterização Física	27
3.3.2 – Caracterização Mineralógica.....	28
3.3.3 – Confeção Dos Corpos De Prova	29
3.3.4 – Cálculo da Variação Linear (VL), Porosidade Aparente (PA), Massa Específica Aparente (MEA) e Tensão de Ruptura à Flexão de Três Pontos (TR).....	31
3.4 – APLICAÇÃO DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL NA REDE SIMPLEX	32
3.5 – ANÁLISE ESTATÍSTICA dos resultados.....	34
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS	37
4.1 – Análise Granulométrica.....	37
4.2 – Limite de Atterberg e Densidade Real dos Grãos	39
4.3 – Análise Química.....	39
4.4 – Análise Térmica	40
4.5 – Análise Mineralógica	42
4.6 – Resultados dos Ensaio Físicos	43
4.6.1 – Variação Linear (VL)	44
4.6.2 – Absorção de Água (AA)	44
4.6.3 – Porosidade Aparente (PA)	45
4.6.4 – Massa Específica Aparente	46
4.7 – TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO.....	47
4.7.1 – Probabilidade Weibull	48

4.7.2 – Rede Simplex.....	55
4.7.2.1 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 500°C	55
4.7.2.2 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 700°C	63
4.7.2.3 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 900°C	71
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES.....	78
CAPÍTULO 6 - SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	80
CAPÍTULO 7 - BIBLIOGRAFIA UTILIZADA	81

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO - 2

Figura 2.1 - Fluxograma adaptado do processo de fabricação da cerâmica (Fonte: ABCERAM, 2011)	8
Figura 2.2 - Distância interplanar basal (SANTOS, 1989).....	14
Figura 2.3 - Difratoograma de raios-X (SANTOS, 1989)	14
Figura 2.4 - Distribuição de pontos da rede Simplex (Fonte: ALEXANDRE <i>et al.</i> , 2001)	18
Figura 2.5 Difratoograma de raios-X da argila (Fonte: SILVA, 2007)	24
Figura 2.6 - Curva Termogravimétrica (TG) e Curva Termodiferencial (DTA) da argila.....	25

CAPÍTULO - 3

Figura 3.1 - Fluxograma do trabalho	26
Figura 3.2 - Equipamento para análise química	29
Figura 3.3 - Matriz retangular para confecção do corpo de prova	30
Figura 3.4 - Triângulo planejamento simplex.....	33

CAPÍTULO - 4

Figura 4.1- - Distribuição granulométrica do Solo A.....	38
Figura 4.2 - Distribuição granulométrica do Solo B	38
Figura 4.3 - Distribuição granulométrica do Solo C	38
Figura 4.4 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo A....	41
Figura 4.5 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo B....	41
Figura 4.6 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo C ...	42
Figura 4.7 - Difratoograma do solo A	42

Figura 4.8 - Difratoograma do solo B	43
Figura 4.9 - Difratoograma do solo C	43
Figura 4.10 - Variação linear dos solos A, B e C	44
Figura 4.11 - Absorção de Água para os solos A, B e C	45
Figura 4.12 - Porosidade Aparente dos solos A, B e C	46
Figura 4.13 - Massa Específica Aparente dos solos A, B e C	46
Figura 4.14 - Tensão de ruptura à flexão de três pontos de todas as composições	47
Figura 4.15 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura 500°C	50
Figura 4.16 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura de 700°C ...	52
Figura 4.17 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura de 900°C ...	54
Figura 4.18 - Superfície resposta para o modelo linear à 500°C.....	56
Figura 4.19 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 500°C.....	58
Figura 4.20 - Diagrama de Pareto para o test t à 500°C	59
Figura 4.21 - Superfície resposta para o modelo cúbico especial à 500°C	61
Figura 4.22 - Diagrama de Pareto para o test t à 500°C	62
Figura 4.23 - Superfície resposta para o modelo linear à 700°C.....	63
Figura 4.24 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C.....	64
Figura 4.25 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 700°C.....	66
Figura 4.26 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C.....	67
Figura 4.27 - Superfície resposta para o modelo cúbico à 700°C	68
Figura 4.28 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C, modelo cúbico.....	69
Figura 4.29 - Superfície resposta para o modelo linear à 900°C.....	71
Figura 4.30 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo linear	72
Figura 4.31 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 900°C.....	74
Figura 4.32 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo quadrático ...	75
Figura 4.33 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo cúbico.....	76
Figura 4.34 - Superfície resposta para o modelo cúbico à 900°C	77

ÍNDICE DE TABELAS

CAPÍTULO - 2

Tabela 2.1 - Comparação entre os valores observados (\bar{y}) e os valores previstos (Fonte: SABOYA E ALEXANDRE, 2001).....	19
Tabela 2.2 - Composição química das matérias primas, ensaio de fluorescência de raio X.....	23

CAPÍTULO - 3

Tabela 3.1 - Número de corpos-de-prova confeccionados.....	30
Tabela 3.2 – Quadro Anova	35

CAPÍTULO - 4

Tabela 4.1 - Granulometria das argilas	37
Tabela 4.2 - Distribuição granulométrica do Solo C	39
Tabela 4.3 - Composição dos elementos químicos.....	39
Tabela 4.4 - Probabilidade de falha.....	48
Tabela 4.5 - Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 500°C	49
Tabela 4.6 -Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 700°C	51
Tabela 4.7 - Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 900°C	53
Tabela 4.8 - Resumo dos módulos de Weibull para todas composições	55
Tabela 4.9 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura 500°C	55
Tabela 4.10 - Matriz composição linear.....	56
Tabela 4.11 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo à 500°C57	
Tabela 4.12 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 500°C.....	57
Tabela 4.13 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C.....	57

Tabela 4.14 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 500°C	59
Tabela 4.15 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 500°C ...	59
Tabela 4.16 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C	60
Tabela 4.17 - Matriz composição cúbica	60
Tabela 4.18 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico especial à 500°C	61
Tabela 4.19 - Tensão observada e resposta do modelo cubico especial à 500°C	62
Tabela 4.20 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C	62
Tabela 4.21 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura de 700°C	63
Tabela 4.22 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico especial à 700°C	64
Tabela 4.23 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 700°C.....	64
Tabela 4.24 - Quadro Anova modelo linear para a temperatura de 700°C.....	65
Tabela 4.25 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 700°C	66
Tabela 4.26 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 700°C... 67	
Tabela 4.27 - Quadro Anova modelo quadrático para a temperatura de 700°C	67
Tabela 4.28 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico à 700°C	69
Tabela 4.29 - Tensão observada e resposta do modelo cúbico à 700°C	70
Tabela 4.30 - Quadro Anova modelo cúbico para a temperatura de 700°C	70
Tabela 4.31 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura de 900°C	71
Tabela 4.32 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo linear à 900°C	72
Tabela 4.33 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 900°C.....	72
Tabela 4.34 - Quadro Anova modelo cúbico para a temperatura de 700°C.....	73
Tabela 4.35 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 900°C	74

Tabela 4.36 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 900°C... 75

Tabela 4.37 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico à 900°C 76

Tabela 4.38 - Tensão observada e resposta do modelo cúbico à 900°C 77

RESUMO

A crescente preocupação com a qualidade da cerâmica vermelha e o uso racional dos recursos naturais utilizados por ela, tem motivado a diversas pesquisas. O crescimento do setor imobiliário, facilidade de crédito, junto às exigências de qualidade que o mercado globalizado impõe, tem feito com que os empresários atraiam pesquisadores para o estudo de parâmetros que influenciam na qualidade do produto final. No interior do Rio de Janeiro, o município de Campos dos Goytacazes, desempenha um importante papel na fabricação de produtos cerâmicos, que segundo informações do próprio segmento, emprega cerca de 5.000 funcionários, nas mais de cem cerâmicas existentes no município. Porém, nota-se que na maioria dos casos, as indústrias produtoras de cerâmica ainda fazem uso de métodos empíricos para formulação de massa cerâmica, tendo como consequência uma perda na qualidade e recursos naturais onde parte das técnicas de fabricação são passadas pai para filho e de pouco ou nenhum critério tecnológico. Esta dissertação teve como objetivo estudar três tipos de solos provenientes da bacia de Campos/RJ, avaliando e no seu comportamento físico. Para tanto, foram aplicados ensaios de Variação Linear, Absorção de Água, Granulometria, Limites de Atterberg, Porosidade Aparente e Tensão de Ruptura à Flexão de Três Pontos. Ensaio como Análise química, Análises Térmicas e Difração de Raios-X, foram feitos com o intuito de identificar a presença dos argilominerais. O emprego da rede simplex teve como principal objetivo, consolidar o uso da técnica na análise de misturas de na previsão de resultados, auxiliando assim o processo de fabricação na obtenção de melhores resultados. Análises estatísticas são aplicadas na verificação/validação do modelo e o emprego de Weibull foi aplicado com o intuito de identificar o quão uniforme são as amostras estudadas. Entre outras conclusões ao qual esse trabalho chegou temos que a temperatura de 700° para os solos analisados obteve os melhores resultados, tanto na uniformidade, identificado por Weibull, quanto na predição de resultados.

Palavras-chave: argila, weibull, simplex, caracterização.

ABSTRACT

The growing concern with the quality of red ceramic and rational use of natural resources used by it, has prompted several studies. The growth in real estate, credit facility, with the quality requirements of the global market requires, has made entrepreneurs attract researchers to study the parameters that influence the quality of the final product. Inside the Rio de Janeiro, the city of Campos dos Goytacazes, plays an important role in the manufacture of ceramic products, which reportedly own segment, employs about 5000 employees, but more than a hundred ceramic tiles in the city. But we note that in most cases the industries producing ceramic still use empirical methods to formulate the ceramic mass, resulting in a loss in quality and natural resources. This work aimed to study three types of soils from the Campos Basin / RJ on its mineralogy and its physical behavior, for both tests were applied Linear Change, Water Absorption, Particle size, Atterberg Limits, Apparent Porosity and Rupture Strain Flexural Three Points. Chemical Analysis and Testing, Thermal Analysis and X-ray diffraction, were made in order to identify the presence of clay minerals. The job of the network simplex aimed to consolidate the use of the technique in the analysis of mixtures in predicting outcomes, thus speeding up the manufacturing process to achieve better results. Statistical analyzes are applied in the verification / validation of the model and the use of Weibull was applied in order to identify how is uniform samples. Among other conclusions to which this work we arrived the temperature of 700 ° C for this study was the temperature that achieved the best results, both in uniform, identified by Weibull, as in predicting outcomes.

Keywords: clay, weibull, simplex, characterization.

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 – CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A principal matéria-prima para confecção da cerâmica vermelha é a argila. A argila é um produto considerado quimicamente estável, durável e resistente (SELHORST, 2001) composto de silicato de alumínio hidratado, contendo ou não certo teor de elementos alcalinos e alcalino-terrosos (como magnésio, ferro, cálcio, sódio, potássio e outros), de estrutura cristalina lamelar ou fibrosa (SANTOS, 1989). A cerâmica vermelha é um produto derivado da queima de argila; seus produtos podem ser caracterizados pela coloração avermelhada e são representados por tijolos, blocos, telhas, tubos, lajes para forro, lajotas, vasos ornamentais, agregados leve de argila expandida e outros. Também pode ser denominada como cerâmica estrutural, por apresentar propriedades de resistência mecânica (SANTOS, 1989).

A indústria da cerâmica vermelha vem passando por um longo processo de modernização para atender às exigências de um mercado cada vez mais exigente no quesito qualidade, promovendo assim uma melhora em seu produto. Para tornar isso possível, é necessário um maior controle desde a seleção das matérias-primas que virão compor a massa cerâmica, como também um maior controle nos processos de conformação, secagem e queima (GRUN, 2007). Além de uma maior exigência por parte dos consumidores, existe hoje uma maior preocupação com o aproveitamento dos recursos minerais por parte dos órgãos ambientais que são mais exigentes ao emitir licenças para exploração de jazidas, e uma empresa que faz mau uso desses recursos não é uma empresa bem vista pela sociedade.

A Associação Brasileira de Cerâmica (ABC) estima que uma pequena empresa, onde o processo de produção ainda é rudimentar, ou seja, ainda sem critérios científicos apropriados, pode consumir de 150 a 700m³/mês de argila e produzir no máximo 300 mil peças/mês. Já uma empresa de grande porte, utilizando alguns critérios apropriados, extrai 1000 m³/mês de argila e produz 800 mil peças/mês. Tal forma não racional de utilização da matéria-prima, praticada por alguns empresários, causam sérios problemas ambientais, visto que é retirado um grande volume de argila por ano (em média 80 milhões de ton x ano) e esta não é renovável.

O Brasil dispõe de importantes jazidas que suprem as necessidades da indústria cerâmica e cuja produção está concentrada, principalmente, nas regiões Sudeste e Sul, onde estão localizados os maiores polos cerâmicos do país. Neste mercado consumidor destacam-se a cerâmica vermelha com demanda da ordem de 80 milhões de toneladas por ano, em cerca de 11.000 empresas de pequeno porte, distribuídas pelo país, sobressaindo os estados de São Paulo, Minas Gerais, Rio de Janeiro, Rio Grande do Sul, Paraná, Santa Catarina e Bahia, como os principais produtores (SEBRAE, 2008).

No Estado do Rio de Janeiro, o Município de Campos dos Goytacazes desempenha um papel importante no cenário da cerâmica vermelha. Segundo RAMOS *et.al.* (2008), o polo ceramista de Campos conta com mais de cem empresas que juntas produzem em torno de 90 milhões de peças (telhas, tijolos e lajotas), gerando mais de 5 mil empregos formais diretos. Ainda segundo os autores, a cidade conta ainda com uma grande reserva de argila originária do processo de deposição de materiais silto-argilosos decorrentes das enchentes do Rio Paraíba do Sul e sua concentração está principalmente à margem direita do Rio ao longo da BR 216 que liga a cidade de Campos ao Farol de São Tomé.

Tendo como matéria-prima três tipos de solos específicos coletados na cidade de Campos dos Goytacazes/RJ, esta dissertação além de fazer a caracterização da matéria-prima, utiliza a Rede Simplex, visando à otimização do uso de misturas em conjunto da estatística de Weibull que teve como objetivo verificar, a partir de cada temperatura considerada neste trabalho, determinar a confiabilidade das formulações feitas através das misturas primárias dos solos A, B e C.

1.2 – OBJETIVO GERAL E ESPECÍFICO

O presente trabalho tem como objetivo geral a análise dos solos A-100, B-100 e C-100 (o número que segue o composto é a concentração das partes estudadas), e suas respectivas misturas, AB-50, AC-50, BC-50 e ABC-33, cujo objetivo final foi submeter os resultados à análise Weibull e verificação da aplicabilidade da Rede Simplex, também foi feita a caracterização dos solos A-100, B-100 e C-100.

Estes modelos possibilitam a predição do resultado e a caracterização da matéria-prima possibilita um melhor aproveitamento evitando-se assim o desperdício de recursos naturais e o prejuízo financeiro.

O presente trabalho teve como objetivos principais:

- A Caracterização da matéria-prima para a indústria da cerâmica vermelha, através de ensaios como: análise química, análises térmicas, difração de raios-X, massa específica aparente, análise granulométrica, análise granulométrica, limites de Atterberg, retração linear, absorção de água, porosidade aparente e tensão de ruptura à flexão de três pontos;
- Estudo dos solos e suas composições através da estatística de Weibull e a aplicabilidade da Rede Simplex através das análises no modelo linear, quadrático e cúbico.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – A HISTÓRIA DA CERÂMICA VERMELHA

Do grego “Kéramos”, que significa terra queimada ou argila queimada, a cerâmica é o material artificial mais antigo produzido pelo homem. Pesquisas arqueológicas apontam que a cerâmica é produzida há cerca de 10-15 mil anos (ANFACER, 2011).

Alguns arqueólogos encontraram utensílios cerâmicos que datam a partir do período Pré-neolítico (25000 a.C.), e por volta de 5000 a 6000 a.C são datadas as descobertas para materiais de construção, como tijolos, telhas e blocos. Os primeiros tijolos queimados datam de 3000 a.C., cuja aplicação estava voltada aos revestimentos externos e muros de proteção, apesar da técnica ter se desenvolvido séculos antes, especialmente na queima de utensílios domésticos. E entre 1600 e 1100 a.C. foram encontrados, onde ficava localizada a Babilônia, alguns exemplares de tijolos queimados (SEBRAE, 2008).

Em torno de 280 a.C., os Romanos utilizaram o barro cozido para a construção de telhado, fabricação de divindades, objetos ornamentais, entre outros. Por volta do século I a.C., começa-se a revelar a evolução na qualidade de produtos de natureza cerâmica, aumentando assim o valor estético e monetário (SEBRAE, 2008).

Há mais de 2000 anos, antes mesmo da descoberta do Brasil, havia fabricação de cerâmicas, representadas por baixelas, potes e outros produtos cerâmicos. Estudos arqueológicos indicam que a cerâmica mais simples ocorreu na região amazônica, há mais de 5000 anos atrás.

No que tange à cerâmica vermelha, as escassas e imprecisas informações referem-se à utilização no período Colonial, a partir de técnicas de produção rudimentares introduzidas pelos jesuítas, que necessitavam de tijolos para construção de colégios e conventos.

Em 1575 há indícios do uso de telhas na formação da vila, que viria a ser a cidade de São Paulo/SP. E foi a partir desse estímulo que começa a se desenvolver

a atividade cerâmica de forma mais intensa, sendo as olarias o marco inicial da indústria em São Paulo. Com maior concentração nas últimas décadas do século XIX, a produção nas olarias se dava por meio de processos manuais em pequenos estabelecimentos. E tinham como produto final: tijolos, telhas, tubos, manilhas, vasos, potes e maringas, os quais eram comercializados localmente.

A primeira grande fábrica de produtos cerâmicos do Brasil foi fundada em São Paulo, em 1893, por quatro irmãos franceses, naturais de Marselha, com o nome de Estabelecimentos Sacoman Frères, posteriormente alterado para Cerâmica Sacoman S.A., a qual encerrou suas atividades em 1956. O nome das telhas conhecidas por “francesas” ou “marselhesas” é devido à origem destes empresários.

Nos séculos XIX e XX ocorrem processos de especialização nas empresas cerâmicas, o que gerou uma separação entre olarias, produtoras de tijolos e telhas, e “cerâmicas”, produtoras de itens mais sofisticados como: manilhas, tubos, azulejos, louças, potes, talhas, etc. (SEBRAE, 2008).

Como produto industrializado, o tijolo cerâmico surge no século XIX, e seu uso se dissemina rapidamente, devido à facilidade que ele confere à execução de alvenaria, ao conforto térmico e acústico, facilidade de conformação em geometrias variadas, boa resistência mecânica, entre outras. Sua evolução e diversificação, dimensões, número e formato dos furos, também acompanham as exigências das obras e das técnicas construtivas (OLIVEIRA, 2011).

Atualmente, há no mercado forte demanda por produtos de cerâmica vermelha, com alto valor agregado e destinados a acabamento e revestimento: pisos, soleiras, tijolos, blocos, placas cerâmicas etc., compondo projetos de visual rústico ou que privilegiem elementos naturais. Neste sentido, a indústria cerâmica brasileira vem despontando como uma das mais criativas do mundo (OLIVEIRA, 2011).

Nos últimos anos, acompanhando a evolução industrial, a indústria cerâmica adotou a produção em massa, garantida pela indústria de equipamentos, e a introdução de técnicas de gestão, incluindo o controle de matérias-primas, dos processos e dos produtos fabricados.

A Indústria Cerâmica na atualidade pode ser subdividida em setores que possuem características bastante individualizadas e com níveis de avanço tecnológicos distintos.

2.2 – PROCESSO DE FABRICAÇÃO

De acordo com a Associação Brasileira de Cerâmica, a cadeia do processo produtivo de cerâmica estrutural, pode ser descritas a seguir (ABCERAM, 2011):

Extração da Argila - De maneira geral, jazida a ser explorada encontra-se próxima à empresa. Equipamentos como retroescavadeiras, são comumente empregadas na extração da argila.

Estocagem e Sazonamento de Matéria-prima - Após a extração da argila, algumas olarias costumam espalham, em forma de pilhas de homogeneização, as argilas a céu aberto por um longo período, obtendo-se com isso características adequadas ao seu processamento. Essa prática, chamada sazonalidade, é muito comum desde a antiguidade, pois os processos de intemperismo provocam o alívio de tensões nos blocos de argila, melhoram sua plasticidade e homogeneizam a distribuição de umidade nesses materiais, para que ocorra a estabilidade nas reações físico-químicas.

Mistura e Dosagem - No processo de fabricação de cerâmicas vermelhas, ao contrário do que ocorre em outros segmentos, em geral, a dosagem das matérias-primas precede sua preparação, pois na verdade, a preparação da massa se inicia com a formação dos montes de argila a céu aberto nos pátios das indústrias. Após o sazonalidade, as matérias-primas são transportadas para o caixão alimentador, equipamento que dosa a quantidade necessária do material para dar entrada na linha de produção. A mistura é feita manualmente ou com pás-carregadeiras, conforme o percentual de cada matéria-prima utilizada, obtendo-se uma massa única e homogênea. O material preparado fica protegido das intempéries.

Desintegrador - A mistura dosada é conduzida aos desintegradores, onde os grandes blocos de argila são desintegrados e as pedras, quando existentes, são separadas por centrifugação. Nessa etapa, se o teor de umidade da mistura for

muito elevado (varia de 16% a 25%), a eficácia de certos equipamentos será menor, como é o caso do desintegrador, que não desintegrará os blocos de argila, mas apenas os amassará.

Misturador - O material desagregado é então transportado para o misturador, onde se inicia a homogeneização. Quando necessário, há adição de água nessa etapa. É um equipamento que, através de movimentos circulares, permite a quebra de torrões e a homogeneização da massa juntamente com a água mistura para a obtenção da plasticidade correta.

Laminador - Em seguida a mistura é transferida para o laminador, máquina que tem a função de ajustar a granulometria, completar a homogeneização e cortar a massa em lâminas. É um equipamento composto de dois cilindros, responsáveis pela compactação e melhor homogeneização da massa de argila.

Extrusão e Corte - A argila homogeneizada entra na extrusora (maromba), que a comprime contra a boquilha, dando o formato de saída. As lâminas são extrudadas na forma de uma coluna, com seção variável de acordo com a boquilha acoplada à máquina. A coluna é então seccionada nas dimensões adequadas ao tipo de produto desejado, tais como tijolos furados, blocos, manilhas e elementos vazados.

Secagem - Após a conformação, as peças são submetidas à secagem, inicialmente ao ar, e em seguida, em algumas empresas, em secadores. A secagem natural geralmente é feita em galpão coberto, contendo prateleiras fixas ou móveis, ou ainda empilhados no chão, a fim de perderem a maior parte da umidade. Permanecem aí por um período de até seis semanas. As empresas que utilizam estufas ou secadores para este fim, geralmente aproveitam o calor residual dos fornos, quando do seu resfriamento. O material permanece na estufa em torno de um a dois dias. A umidade final desejada, dependendo do produto, é da ordem de 3% a 4%, ocorrendo uma contração que pode variar de 4% a 10%. A umidade do produto que sai da secagem para a queima é controlada usualmente através do tato, pressão sobre o produto com a unha ou pela cor do material (deve estar clara ou esbranquiçada).

Queima - Depois de secas, as peças são levadas aos fornos para a queima em temperaturas que variam, em geral, de 800°C a 1000°C, dependendo do tipo de

produto. O processo de queima pode durar de 24 horas a 7 dias. Os tipos de fornos utilizados são: o convencional (intermitente), com variações que recebem nomes como, garrafão, chinês, caipira, paulistinha, etc., e os fornos contínuos ou fornos túneis, considerados mais avançados em termos de tecnologia, pela alta produção que apresentam em relação aos convencionais.

Este processo de produção da cerâmica é descrito resumidamente no fluxograma apresentado na Figura 2.1.

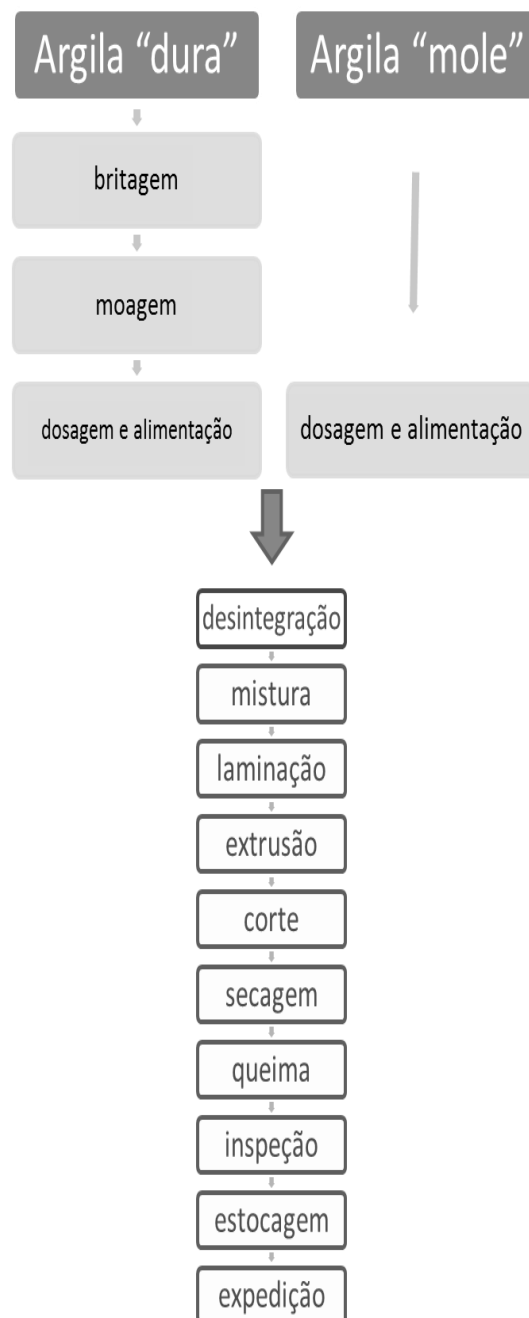


Figura 2.1 - Fluxograma adaptado do processo de fabricação da cerâmica (Fonte: ABCERAM, 2011)

2.3 – ARGILAS COMO MATERIAL PARA A INDÚSTRIA DA CERÂMICA VERMELHA

A indústria da cerâmica no Brasil tem cerca de um 1% de participação no PIB nacional, sendo que a 40% desta participação está atrelada ao setor da cerâmica vermelha através das mais de 12 mil empresas distribuídas pelo país, movimentando cerca de 70 milhões de toneladas de matérias-primas por ano (MACEDO, 2007).

Nota-se que a argila é a principal a matéria-prima usada pela indústria da cerâmica, e conceituar o mesmo vai depender diretamente a quem estaremos tomando como referência, onde conceitos e significados dos os conceitos que são atribuídos ao termo argila irão depender da formação profissional, técnica ou científica. A definição mais aceita foi dada por SANTOS (1989), onde ele definiu argila sendo uma rocha finamente dividida, possuindo elevado teor de partículas com diâmetro equivalente abaixo de $2\mu\text{m}$ e na presença de água, desenvolvem uma série de propriedades devido aos argilominerais, tais como: plasticidade, resistência mecânica a úmido, retração linear de secagem, compactação, tixotropia e viscosidade de suspensões aquosas.

Os minerais, constituintes essenciais das argilas, são denominados de argilominerais. Quimicamente, os argilominerais são compostos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, contendo ainda, geralmente, certo teor de elementos alcalinos e alcalino-terrosos. Além dos argilominerais constituem as argilas, geralmente outros materiais e minerais, tais como, matéria orgânica, sais solúveis e partículas de quartzo, pirita, mica, calcita dolomita e outros minerais residuais, podem constituir minerais não cristalinos ou amorfos (SOUZA, 2009).

A classificação dos tipos de argilas esta relacionada ao grupo de argilominerais que a compõem.

Os tipos mais comuns são:

- Cauliníticas: constituídas essencialmente por argilominerais do grupo da caulinita, pertencem a este grupo a todos os silicatos de alumínio hidratado. Apresenta cores claras de queima, por serem pobres em óxidos e

hidróxidos de ferro e de outros elementos cromóforos, possuem uma menor plasticidade e menor retenção de água;

- Esmectíticas ou Montmoriloníticas: constituídas por argilominerais do grupo da montmorilonita (compostos por alumínio, magnésio e ferro, e algumas vezes cálcio e sódio). É muito plástica, e possui grande capacidade de retenção de água. A presença de óxidos e hidróxidos de ferro acima de certos limites propicia uma coloração vermelha ou avermelhada. Também conhecidas como argilas expansivas devido à relativa facilidade com que variam de volume;
- Ilíticas: compostas por argilominerais do grupo da ilita (que engloba neste grupo variedades micáceas, constituídas por silicatos hidratados de alumínio, ferro, potássio e magnésio). Intermediária entre as cauliníticas e as esmectíticas.

Características físicas e mecânicas das argilas:

- Plasticidade: adquirida com a maior ou menor presença de água;
- Contratação na secagem: maior nas argilas mais plásticas;
- Resistência à flexão do material seco: maior nas argilas mais plásticas;
- Resistência à flexão do material queimado: maior com o grau de vitrificação ou sinterização.

Quanto aos tipos de jazimento, as argilas podem ser residuais e transportadas:

- As argilas primárias ou residuais: são aquelas que permanecem no local de sua formação. As suas jazidas têm aproximadamente a mesma forma da rocha matriz.
- Argilas secundárias ou transportadas: são aquelas que após o intemperismo, sofrem transporte de material pelas águas ou ventos, principalmente a fração mais fina, deposita-se em regiões de baixa velocidade de correnteza nos lagos, rios, pântanos, mares e etc. Estas

argilas representam as argilas de Campos dos Goytacazes/RJ e são mais finas e plásticas que as primárias, podendo conter certas impurezas ao se misturarem com outras matérias orgânicas.

Os cerâmicos vermelhos da região de Campos dos Goytacazes/RJ são considerados policristalinos, possuindo vários tipos de cristais diferentes chamados de argilominerais, tais como caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e illita, cuja cristalinidade é de longo alcance e os cristais não argilosos, quartzo (sílica livre), hidróxido de alumínio (gibbsite), hidróxido de ferro (goetite), rutilo, anatásio, matéria orgânica entre outros. (XAVIER, 2001)

Estudos realizados com as argilas de Campos dos Goytacazes/RJ por ALEXANDRE (2000), XAVIER (2001) E VIEIRA (2005), apontam que a argila extraída na Região de Campos/RJ, pode ser usada na fabricação da cerâmica vermelha.

2.4 – ENSAIOS TECNOLÓGICOS

2.4.1 – Análise Química

A análise química fornece percentuais de óxidos presentes e também os valores de perda ao fogo.

De uma maneira simplificada, a interpretação de uma análise química de uma matéria-prima argilosa segundo MÁS (2002), pode ser descrita abaixo:

- Óxido de sódio (Na_2O) e potássio (K_2O): presentes geralmente na forma de feldspatos são fundentes e conferem resistência mecânica quando sinterizados entre 950 e 1000°C;
- Óxido de cálcio (CaO) e magnésio (MgO): são agentes fundentes e tendem a diminuir a refratariedade das peças. Indicam a presença de calcita, dolomita e massas calcáreas que requerem moagem e temperaturas de sinterização aproximadamente a 1100°C;

- Sílica ou óxido de silício (SiO_2): indica a presença de silicatos e sílica livre. Os silicatos são os argilominerais, as micas e os feldspatos. A sílica livre corresponde ao quartzo;
- Alumina ou óxido de alumínio (Al_2O_3): está em sua maior parte combinada, formando os argilominerais (SANTOS, 1989);
- Óxido de ferro (Fe_2O_3): responsável pela coloração vermelha ou amarelada na maioria das argilas. Reduz a plasticidade, mas também diminui a retração e facilita a secagem. Também diminui a resistência mecânica, mas o pouco que funde na sinterização proporciona dureza ao vidrado (BITENCOURT, 2004);
- Óxido de titânio (TiO_2): desvia a cor para um tom alaranjado;
- Óxido de enxofre (SO_3): pode indicar a presença de gesso;
- Óxido de manganês (MnO_2): altera a cor para marrom;
- Carbonatos: ajudam no branqueamento das peças, diminuem a expansão e aumentam a porosidade;
- Perda ao fogo: é a diminuição de peso, até um valor constante, que indica uma perda de material devido ao aumento de temperatura. Basicamente, indica o teor de matéria orgânica presente na argila e a quantidade de gás e vapor que são formados durante o aquecimento, resultantes da decomposição dos carbonatos.

2.4.2 – Difração de Raios X

A difração de raios X possibilita a identificação dos minerais presentes e permite também, o estudo das características cristalográficas minerais presentes na argila. O equipamento de difração de raios x é constituído basicamente por um tubo emissor de raios X, uma câmara circular onde se situa a amostra (goniômetro) e um detector que recebe os raios difratados. O ensaio consiste em incidir um feixe de raios X com comprimento de onda conhecido, numa camada fina de pó, que gira no centro do goniômetro. Em virtude do raio incidido, há conseqüentemente, a difração

desse feixe e reflexão em ângulos característicos do retículo cristalino, obtendo-se o correspondente difratograma.

Tal método, se comparado a outros métodos físicos, como a análise térmica diferencial ou química, oferece a vantagem de que o difratograma apresenta um número grande de picos, o que facilita a identificação, principalmente no caso de misturas, onde pode haver superposição de alguns picos, mas nunca de todos (SANTOS, 1989).

Em um experimento típico, a intensidade difratada (dos espalhados raios X que obedecer a Lei de Bragg) é medida como uma função do ângulo de difração (2θ) e da orientação da amostra, que geram padrão de difração. A difração ocorrerá se um feixe de raios X incidir sobre uma série de planos de átomos de rolamento, cada distância “d”, em um ângulo θ , se a Lei de Bragg for obedecida:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

Onde:

λ – é o comprimento de onda dos raios;

n – é um número inteiro.

Para FERNANDEZ (2007), os dois regimes mais úteis para a caracterização de DRX da argila, são a região espaçamento basal ($2 - 10^\circ 2\theta$, radiação Cu) e a reflexão (perto de $60^\circ 2\theta$), que é diagnóstico de vários tipos de estrutura e composição.

Segundo SANTOS (1989), a classificação e a identificação dos argilominerais podem ser obtidas através de difração de raios X, a partir do valor medido para a distância interplanar basal do argilomineral (ver Figuras 2.2 e 2.3), separando em suspensão aquosa como a “fração argila”. O uso da difração de raios X com registro gráfico (difratograma de raios X), combinado com as propriedades específicas de expansão da distância interplanar basal pela adição de substâncias orgânicas (como etilenoglicol) e transformações térmicas de cada argilomineral, permite uma diferenciação satisfatória dentro dos grupos de mesma distância interplanar basal (Figura 2.2) ou dentro do mesmo grupo. Como é possível que ocorram reações em temperaturas elevadas entre os argilominerais, se torna

importante o emprego de outros métodos. A Figura 2.3 apresenta um exemplo de difratograma de argila constituída em sua maioria pela caulinita (SANTOS, 1989).

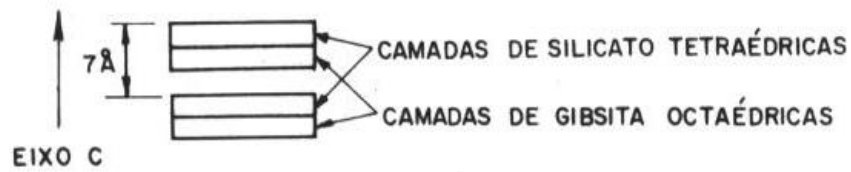


Figura 2.2 - Distância interplanar basal (SANTOS, 1989)

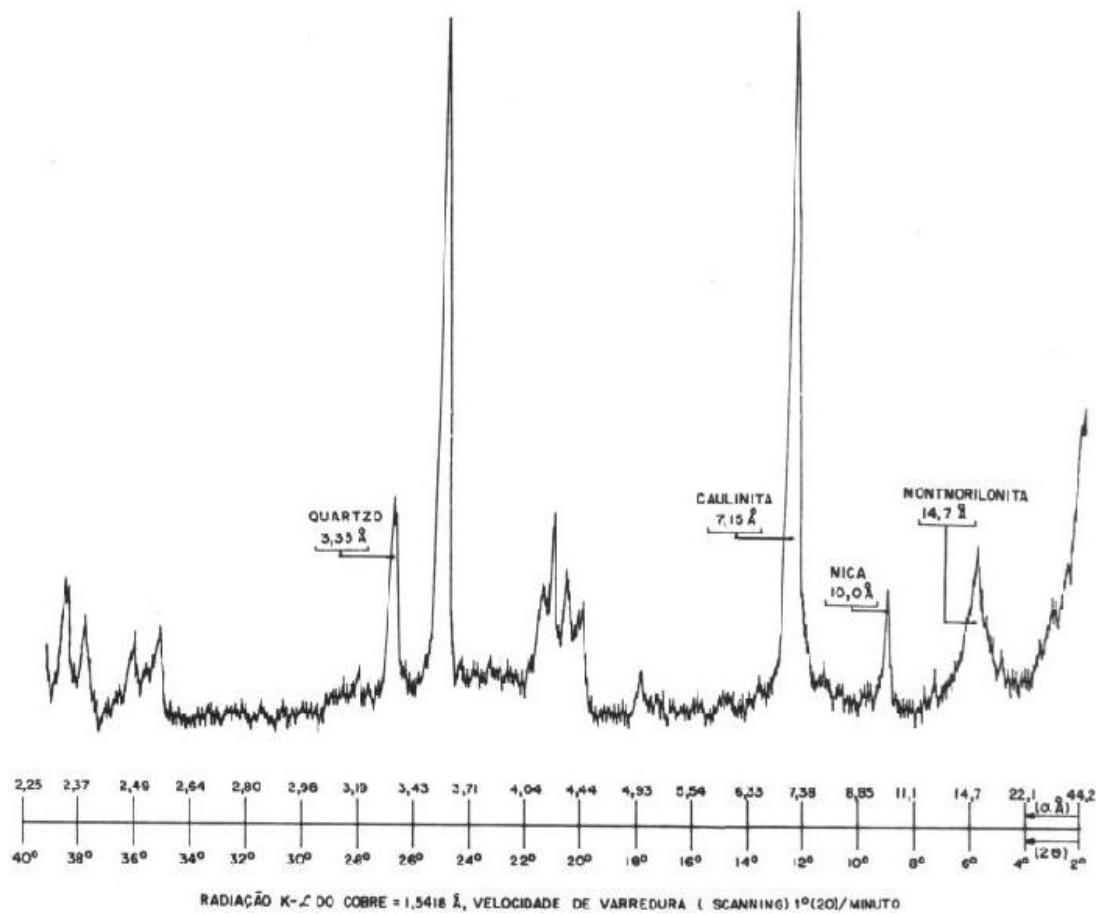


Figura 2.3 - Difratograma de raios-X (SANTOS, 1989)

2.4.3 – Análise Térmica

Uma das técnicas de análise térmica é a análise térmica diferencial (ATD). Esta técnica permite observar as transformações que geram trocas energéticas, devido a fenômenos físicos ou químicos. Estas trocas energéticas podem ser endotérmicas (onde ocorre absorção de calor) ou exotérmicas (onde ocorre liberação de calor). Para cada troca energética, aparece um pico no gráfico, e de

acordo com a temperatura desses picos e sua direção, pode-se identificar o mineral ou a transformação ocorrida com a amostra.

Outra técnica bastante utilizada é a análise termogravimétrica (TG) que determina a perda ou ganho de massa que uma amostra sofre em função da temperatura e/ou tempo (BARBA *et al.*, 2002). A amostra é aquecida de maneira controlada, até uma temperatura pré-determinada, com velocidade constante. Este método de análise complementa a análise térmica diferencial, por fazer distinção entre as reações onde ocorre perda de massa e as reações onde não ocorre.

2.5 – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DAS MISTURAS

O planejamento experimental, também denominado delineamento experimental, representa um conjunto de ensaios estabelecido com critérios científicos e estatísticos, com o objetivo de determinar a influência de diversas variáveis nos resultados de um dado sistema ou processo.

Esse objetivo maior pode ser dividido em outros objetivos de acordo com o propósito dos ensaios:

- ✓ Determinar quais variáveis são mais influentes nos resultados;
- ✓ Atribuir valores às variáveis influentes de modo a otimizar os resultados;
- ✓ Atribuir valores às variáveis influentes de modo a minimizar a variabilidade dos resultados e,
- ✓ Atribuir valores às variáveis influentes de modo a minimizar a influência de variáveis incontroláveis;

A seguir, destacam-se alguns benefícios da utilização das técnicas estatísticas de planejamento experimental:

- Redução do número de ensaios sem prejuízo da qualidade da informação;
- Estudo simultâneo de diversas variáveis, separando seus efeitos;
- Determinação da confiabilidade dos resultados;

- Realização da pesquisa em etapas, num processo iterativo de acréscimo de novos ensaios;
- Seleção das variáveis que influem num processo com número reduzido de ensaios;
- Representação do processo estudado através de expressões matemáticas;
- Elaboração de conclusões a partir de resultados qualitativos.

Por exemplo, após uma dada operação de usinagem, como determinar o número de peças que devem ser controladas num lote? Qual a frequência de controle através dos lotes? Que instrumentos empregar para esse controle? Qual o critério para aceitação ou rejeição das peças produzidas?

Essas questões somente podem ser respondidas por quem tenha um grau razoável de conhecimento sobre a importância do controle para a continuidade do processo e para a qualidade das peças, e sobre a influência do processo, dos equipamentos, do operador e do próprio controlador sobre os resultados desse tipo de análise.

Outro exemplo no qual o mesmo tipo de abordagem pode ser adotada: a presença de "chevrons" em eixos-pilotos forjados a frio. Nesse caso, fica claro a necessidade de se controlar todas as peças de todos os lotes a fim de impedir que peças com esse defeito sejam encaminhadas à usinagem e tratamento térmico posteriores e finalmente, à montagem em caixas de transmissão.

O planejamento experimental é uma ferramenta essencial no desenvolvimento de novos processos e no aprimoramento de processos em utilização. Um planejamento adequado permite, além do aprimoramento de processos, a redução da variabilidade de resultados, a redução de tempos de análise e dos custos envolvidos.

CAMPOS *et al.* (2007), utilizaram o planejamento experimental no estudo da maximização do teor de resíduos em blocos e revestimentos cerâmicos. No estudo em questão foi utilizada a técnica de delineamento de misturas, que consiste em planejar e executar um experimento de processamento de misturas e ajustar modelos empíricos, por meio de modelos matemáticos e ferramentas estatísticas, aos dados medidos, e o planejamento experimental, que determina as propriedades

de uma mistura pelas proporções de seus componentes. Ficou concluído que modelo de delineamento foi adequado à obtenção de modelos matemáticos o que permitiu maximização da quantidade de resíduo incorporado às formulações para blocos, telhas e revestimentos cerâmicos e minimizando o tempo de estudo para a otimização das quantidades.

CORREIA *et al.* (2004) apresentaram um artigo que fala sobre o uso de técnicas de planejamento experimental e programação não linear para otimização de massas cerâmicas triaxiais, onde as propriedades tecnológicas são determinadas basicamente pela combinação de matérias-primas e condições de processamento. Eles afirmaram em seu estudo que se os parâmetros de processo são mantidos, o delineamento de misturas pode ser usado para modelar as propriedades de corpos cerâmicos; seu estudo focou na fabricação de revestimentos. A partir dos resultados de caracterização foram calculados por meio de modelos de regressão cada uma das seguintes propriedades: módulo de ruptura a seco e sinterizado, densidade aparente a seco, absorção de água e retração linear com as proporções de matérias-primas. Posteriormente a cada uma das análises foi concluído que a técnica pode ser usada para selecionar as melhores combinações das três matérias-primas com finalidade de produzir um produto com características específicas a um determinado fim.

MEDEIROS *et al.* (2010) fizeram um estudo sobre a incorporação de cinza de lenha, lodo de estação de tratamento de água e cinza da casca de arroz em massa cerâmica, utilização da técnica de planejamento. Seus trabalhos consistiram na caracterização química e mineralógica, na análise granulométrica e no delineamento de misturas com argila e resíduos por meio da técnica de planejamento. As composições foram formuladas utilizando-se o planejamento experimental através da metodologia de delineamento de misturas, sendo impostas restrições quanto ao teor de matérias-primas na obtenção de blocos cerâmicos. Foram colocados limites de 0 a 50% para os resíduos e 50% a 100% para as argilas. Seus resultados concluíram que a utilização de 25% de resíduo promoveu um ganho na resistência mecânica e que com a aplicação da técnica foi possível produzir tijolos com propriedades específicas.

ALEXANDRE *et al.* (2001), realizaram estudo sobre a “Utilização de planejamento em Rede Simplex na previsão de propriedades mecânicas de peças

cerâmicas vermelhas”. Em seus estudos, eles apresentam uma metodologia numérica utilizando o planejamento em Rede Simplex, na previsão das propriedades resultantes destas misturas. O modelo usado é baseado em equações estatísticas, para encontrar as propriedades em função das misturas.

Onde, dependendo do modelo escolhido (linear, quadrático ou cúbico), Figura 2.4, o resultado de uma mistura genérica de até três componentes, pode ser determinado numericamente a partir do conhecimento prévio de suas propriedades.

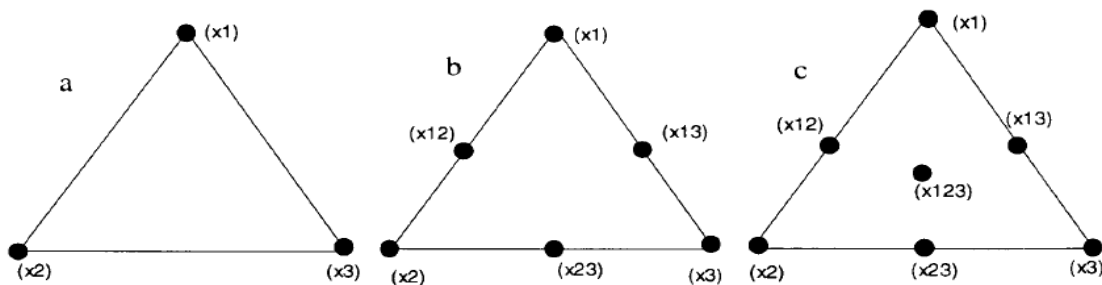


Figura 2.4 - Distribuição de pontos da rede Simplex (Fonte: ALEXANDRE *et al.*, 2001)

Foram realizados estudos para a tensão de ruptura a uma temperatura de 1200°C. Ele aplica os três modelos e afirma que o modelo linear não apresentou resultados satisfatórios, uma vez que o R^2 é igual a 0,64. Para melhorar as respostas utilizaram-se também os modelos quadrático e cúbico espacial, onde se vê uma melhoria dos resultados, conforme a tabela a seguir:

Tabela 2.1 - Comparação entre os valores observados (\bar{y}) e os valores previstos (Fonte: SABOYA E ALEXANDRE, 2001)

X_1	X_2	X_3	\bar{y} (Observado)	\hat{y} respostas do modelo (quadrático)	\hat{y} respostas do modelo (cúb. especial)
1	0	0	182,87	182,87	182,87
0	1	1	296,20	296,20	296,20
0	0	1	266,40	266,40	266,40
1/2	1/2	0	195,00	195,00	195,00
1/2	0	1/2	141,30	141,30	141,30
0	1/2	1/2	231,00	231,00	231,00
1/3	1/3	1/3	179,40	171,10	179,40
2/3	1/6	1/6	161,70	153,85	153,85
1/6	2/3	1/6	233,80	222,67	222,67
1/6	1/6	2/3	223,40	194,79	194,79
2/3	1/3	0	176,70	181,37	181,37
2/3	0	1/3	143,50	136,69	136,69
1/3	2/3	0	219,50	219,10	219,10
0	2/3	1/3	280,2	244,74	244,74
1/3	0	2/3	149,30	164,54	164,54
0	1/3	2/3	278,50	234,87	234,87
Soma dos resíduos deixados pelo modelo (valores que não entraram no cálculo do modelo)			Σe	162,05	153,76
Média dos resíduos			\bar{e}	16,20	17,08
R^2				0,93	0,94

Os autores afirmam que para o presente caso, o modelo quadrático apresentou os melhores resultados, pois em relação ao modelo cúbico especial é o menos complexo.

MACEDO (2007) faz um estudo de “Aplicação da metodologia de planejamento de experimentos para formulação de massas cerâmicas para telhas”. As propriedades tecnológicas avaliadas por ela são: a retração linear, absorção de água e resistência à flexão de três pontos. Ela se baseia na rede simplex para obter as formulações, a pesquisadora utiliza a rede simplex e suas equações respostas. A posterior análise é feita a partir do planejamento experimental e tem como fatores o controle de temperatura nas condições de 850, 950 e 1050°C, e taxa de aquecimento de 5, 10 e 15°C. Depois de obtidos os resultados e definido que a temperatura de 1050°C e a taxa de aquecimento de 5°C apresentam os melhores resultados, sua pesquisa é direcionada na validação do modelo proposto pela autora. Para isto, novas formulações com porcentagens mássicas diferentes foram criadas. Pode-se então concluir que a partir do planejamento de experimentos para

misturas foi possível obter uma formulação ótima, cujo erro experimental é menor em relação às demais formulações.

A aplicação do planejamento de misturas teve como ponto de vista a racionalização utilização da massa cerâmica disponível com o menor desperdício possível, isso é obtido por meio do planejamento em rede simplex, onde se tem modelos ajustados de forma a representar uma determinada superfície resposta. Para ALEXANDRE (2000) uma importante consideração deve ser feita quando se tratar em modelagem de dados tendo como ponto de partida os resultados experimentais ou observações é a distinção entre modelos empíricos e modelos mecanísticos, onde:

Modelos mecanísticos são baseados em leis preestabelecidas, como leis de Newton e que para alguns casos de sua aplicação seus resultados podem ser previstos. Já os modelos empíricos são baseados em observações, ou experimentos, onde existem fatores que podem interferir diretamente no resultado gerado. Um exemplo, temos um experimento químico que dentre outros fatores temos alguns que influenciam, talvez mais, diretamente no pH do meio fatores estes como o concentração de uma dada substância reagente e o tempo de reação da carga de reação do catalizador. Como se pode notar, que se trata de uma situação complicada, a qual fica difícil descobrir um modelo mecanístico eficaz como a mecânica newtoniana (ALEXANDRE, 2000). Nestes casos, a solução está em recorrer aos modelos empíricos, que tentam descrever o comportamento de um dado processo em estudo, baseando-se nas evidências, como é o caso aplicado nesse trabalho.

2.6 – PUBLICAÇÕES RELEVANTES PARA A PESQUISA

- **AMORÓS *et al.* (2000)**

AMORÓS *et al.* (2000), realizam um trabalho sobre “Propiedades Mecánicas de Los Soportes Cerámicos Crudos”, onde escrevem a respeito de propriedades pouco usadas para caracterizar o comportamento mecânico de materiais cerâmicos ainda crus. O estudo é focado na determinação da tenacidade, propondo também métodos para sua medida. Os pesquisadores afirmam que apenas a resistência mecânica não é o suficiente para caracterizar as propriedades mecânicas, sendo

necessário buscar outras propriedades que permitem compreender melhor a fratura dos materiais.

Segundo os autores, os valores obtidos experimentalmente para a resistência mecânica, por ser uma distribuição aleatória, apresentam uma dispersão. Quantitativamente, esta dispersão dos valores da resistência mecânica pode ser obtida através da distribuição Weibull, que é dado pelo parâmetro “m”.

A parte experimental consistiu nos ensaios de Compressão Diametral Aberta e Fechada e na Resistência à Flexão de 3 e 4 pontos. Eles chegam a importantes conclusões:

- ✓ A flexão de três pontos apresenta menor dispersão frente ao ensaio de quatro pontos;
- ✓ Dos três métodos apresentados pelo autor, o método mais adequado para medir a tenacidade do material é o que faz um entalhe triangular na peça;
- ✓ A melhor forma de medir a tenacidade é por meio de corpos de prova prensados;
- ✓ Existem indicativos que os poros não são os responsáveis pelos defeitos que dão origem a fratura da peça;
- ✓ Os defeitos iniciadores da fratura dependem da densidade aparente das peças;
- ✓ Para peças ainda cruas a pressão de prensagem e umidade são fatores importantes pontos na mecânica de fratura de peças frágeis.

- **MATSUO e KIMURA (1987)**

No estudo são abordadas as propriedades de resistência dos materiais cerâmicos, fazendo conexão com a microestrutura e aplica a estatística na avaliação das propriedades estudadas. Com relação aos fatores que interferem na resistência, Matsuo e Kimura afirmam que três são as suas principais causas: as falhas intrínsecas, coalescência de microtrincas e as falhas desenvolvidas a partir de espaços vazios. Das três causas as principais responsáveis pela baixa resistência

são as falhas intrínsecas. Para avaliar os parâmetros por eles estudados, os autores, no que interessa para esta dissertação, apresentam a distribuição de Weibull, uma vez que quando precisamos de várias amostras para representar bem o que se está avaliando podem ser utilizados os métodos como o “single mode” e “multiple mode”. Chega-se à conclusão que para o presente estudo o “single mode” com no método das posições ou “Rank Methods”, para o tal exige-se uma amostragem maior que 20.

- **ALEXANDRE (1997 e 2000)**

Foram realizados estudos na caracterização da matéria-prima utilizada pela indústria ceramista de Campos dos Goytacazes/RJ. Foram coletadas por ele, em sua pesquisa, várias amostras de algumas jazidas. Sendo realizados ensaios para caracterização física e química, empregando recursos como Difração de Raios X, microscopia de varredura e a técnica fotoacústica. Além disso, ele utilizou a Rede Simplex, para a determinação das resistências mecânicas das peças cerâmicas.

- **XAVIER (2001 E 2006)**

XAVIER (2001 e 2006) concentrou seus estudos nos resultados da adição de resíduo de granito na massa argilosa, contudo, ao longo do desenvolvimento do seu trabalho, promoveu a caracterização física e química de argila coletada em jazidas no município de Campos dos Goytacazes/RJ, realizando ensaios de difração de raios X e análises termogravimétricas.

- **JORGE (2007)**

JORGE (2007), com o título de Moldagem de Forma Quase Final de Infra-estrutura Cerâmica Dental, desenvolveu um trabalho sobre o processo de moldagem, onde a barbotina de uma alumina tenacificada por zircônia, é moldada sem usinagem. A parte relevante de sua pesquisa para o presente trabalho está na utilização de técnicas de tratamento estatístico dos dados. É utilizado o teste Tuckey e o módulo de Weibull. Sua análise estatística é feita através do quadro Anova com um alfa de 0,5 e teste Tuckey para um intervalo de confiança em 95%. Para análise da dispersão dos resultados a autora utiliza o módulo de Weibull.

- **SILVA (2007)**

SILVA (2007) realizou estudos com o objetivo de reaproveitamento de resíduos da construção civil composto de areia, concreto, cimento, tijolos vermelhos, blocos de cimento e argamassa para fabricação de cerâmica vermelha, com o objetivo de minimizar custos e impactos ambientais gerados. Suas amostras foram sinterizadas nas temperaturas de 950°C, 1000°C, 1050°C, 1100°C e 1150°C. Após a sinterização, as amostras foram submetidas a ensaios de absorção de água, retração linear, resistência à flexão, porosidade aparente, massa específica, DRX e MEV. Em seu trabalho, ela pode concluir que a incorporação de 30% do resíduo estudado apresenta ótimos resultados na fabricação de telhas, tijolos de alvenaria e furados.

Dentre os resultados cabe destacar os resultados de análise química, análise de difração de raios X, análise termogravimétrica e termodiferencial.

Em sua dissertação, ela apresenta a composição química do material, Tabela 2.2, analisado em questão, onde nota-se que os constituintes majoritários são a sílica e alumina, estando estes em maiores concentrações.

Tabela 2.2 - Composição química das matérias primas, ensaio de fluorescência de raio X

ÓXIDOS PRESENTES	CONCENTRAÇÕES (%)	
	ARGILA	RESIDUO
SiO ₂	60,214	64,584
Al ₂ O ₃	24,936	10,751
Fe ₂ O ₃	4,589	1,502
K ₂ O	4,053	4,350
CaO	3,000	16,016
Na ₂ O	0,959	0,910
TiO ₂	0,878	0,391
MgO	0,771	0,364
BaO	0,258	0,0
SrO	0,082	0,058
P ₂ O ₅	0,081	0,194
ZrO ₂	0,076	0,057
MnO	0,055	0,045
CuO	0,026	0,024
NiO	0,021	0,021
SO ₃	0,0	0,690
ZnO	0,0	0,029
Rb ₂ O	0,0	0,016
Somatório (Σ)	100	100

Em seguida é apresentado por ela um difratograma de raios X da amostra de argila e do resíduo. Com base nos picos característicos de difração que a argila

analisada é basicamente constituída de fases cristalinas de Quartzo (SiO_2), Anortita ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) e Montmorilonita ($\text{Ca}_{0,2}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_{2,4}\text{H}_2\text{O}$). A análise do difratograma serviu para ratificar os resultados obtidos pela quantificação dos óxidos presentes na análise química.

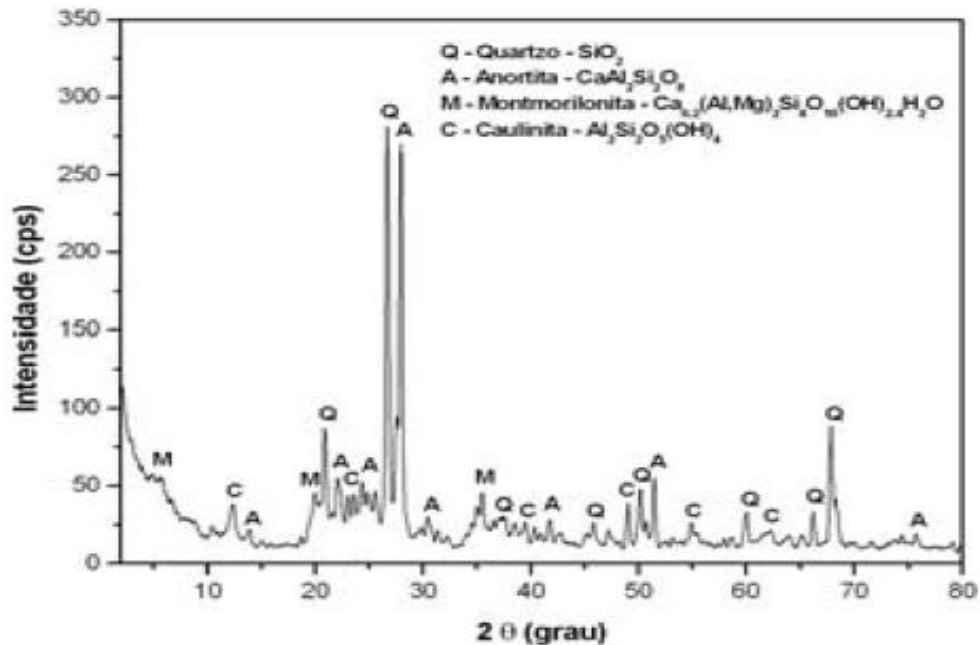


Figura 2.5 Difratograma de raios-X da argila (Fonte: SILVA, 2007)

Com relação ao comportamento termogravimétrico e termodiferencial, Figura 2.5, percebe-se uma perda de massa inicial nas temperaturas de 30°C a 110°C . A autora descreve como sendo uma perda de água livre e adsorvida. Até a temperatura de 400°C , a perda de massa se dá devido à matéria orgânica presente na argila. Partindo dessa temperatura, temos a desidroxilação da montmorilonita e caulinita. Sua amostra apresentou estável para as temperaturas de 700°C a 1100°C .

Para a curva DTA, Figura 2.6, temos o primeiro pico endotérmico a $58,12^\circ\text{C}$, referente ao início de liberação da água livre. Para a temperatura de 301°C , observa-se um pico exotérmico, este associado à perda de matéria orgânica, seguido por outro endotérmico correspondente a desidroxilação da caulinita e da montmorilonita e um pequeno pico endotérmico a $568,73^\circ\text{C}$, atribuído no trabalho à transformação alotrópica do quartzo α em β .

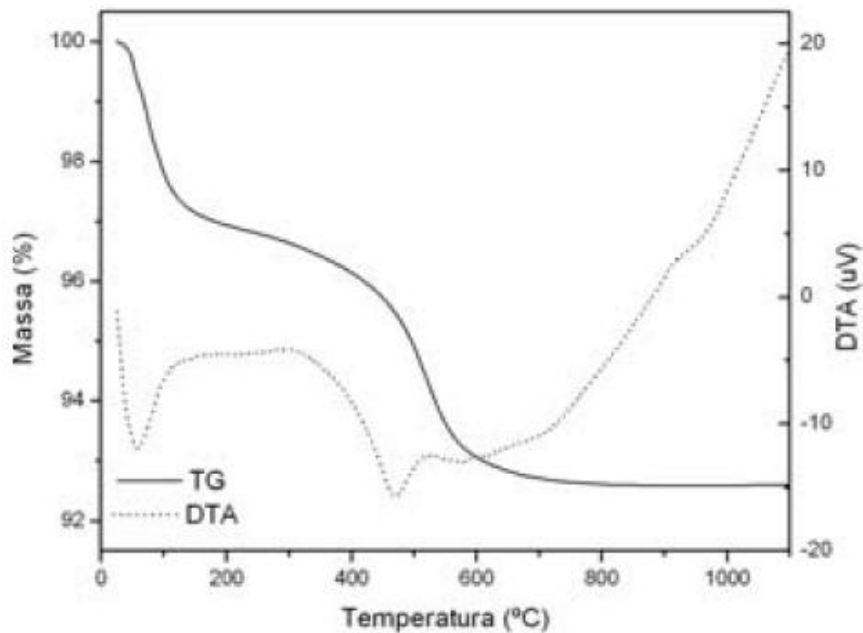


Figura 2.6 - Curva Termogravimétrica (TG) e Curva Termodiferencial (DTA) da argila.

- **RABAHI, 2010**

RABAHI (2010) utiliza a análise estatística de Weibull como ferramenta de avaliação da resistência mecânica à flexão tanto para mármore sintético puro quanto para mármore sintético reforçado com fibra de vidro. Segundo o autor a distribuição de Weibull trabalha sobre a probabilidade de um material após sofrer a aplicação de uma determinada tensão resistir ou não, mesmo que esta tensão seja abaixo da média do limite de resistência convencional do material, ou seja, a ruptura do material se dará pela ocorrência de falhas em seu processo produtivo e a distribuição de Weibull verifica tal possibilidade.

No estudo RABAHI (2010) apresentou o comportamento da resistência à flexão de um material frágil, que no presente trabalho é o material cerâmico, em função da densidade de resultados frente ao material dúctil, por exemplo, o aço. Para calcular o módulo de Weibull, o autor utilizou o método da plotagem gráfica dos resultados e seu módulo variou de 6 a 16.

CAPÍTULO 3 - PROGRAMA EXPERIMENTAL

3.1 – CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Neste capítulo é apresentado o detalhamento relativo ao programa experimental do presente trabalho. O material usado nesta dissertação é proveniente de três coletas de amostras de argila, tendo como foco o teor de argila presente em cada uma das amostras coletadas. Toda a matéria-prima usada é proveniente de coletas realizadas em três olarias do Município de Campos dos Goytacazes/RJ, e para não expor as fábricas foi acordado o sigilo delas. Nos ensaios padronizados pelas normas ABNT, ASTM e outros órgãos normativos, metodologia não foi detalhada. Os métodos não convencionais foram detalhados.

3.1.1 – Fluxograma Do Trabalho

A realização do presente trabalho segue o fluxograma apresentado na Figura 3.1:

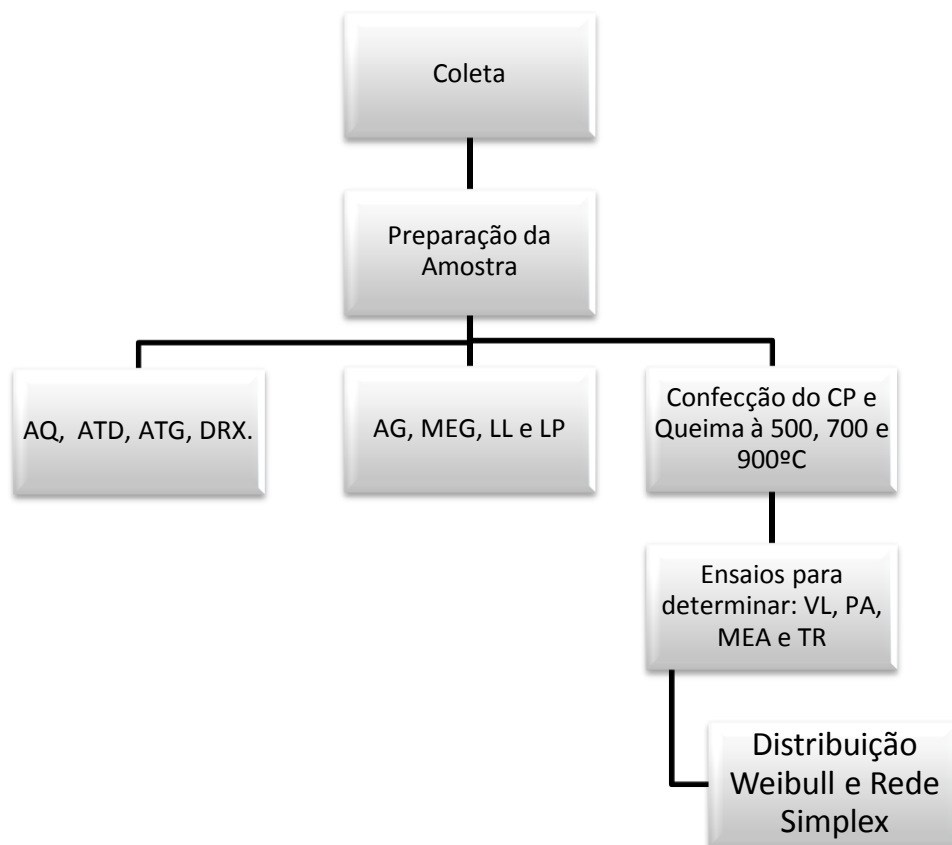


Figura 3.1 - Fluxograma do trabalho

3.2 – SELEÇÃO E PREPARAÇÃO DO SOLO

A coleta das amostras necessárias para realização desta dissertação foi realizada em três diferentes olarias no Município de Campos dos Goytacazes/RJ. Em cada uma das olarias foi coletada uma amostra de argila com aproximadamente 20 kg de solo, totalizando 60 kg de solo. As amostras já se encontravam fora de seu estado natural, ou seja, se encontravam empilhados em montes distintos nas cerâmicas.

Posterior a sua coleta, as amostras foram levadas ao Laboratório de Engenharia Civil (LECIV), para que fossem colocadas ao ar livre por 24 horas, em um dia ensolarado, com o objetivo de perder parte da água livre. Em seguida as amostras foram desfragmentadas com o auxílio de um destorroador.

Com o objetivo de obter uma maior homogeneização das amostras, elas foram quarteadas e logo depois separados 2 kg de solo para os ensaios de caracterização e o restante, 18 kg, para a confecção dos corpos-de-prova.

3.3 – ESTUDO DA MATÉRIA-PRIMA COLETADA

Esta etapa se dividiu em três partes: caracterização física, caracterização mineralógica e confecção dos corpos-de-prova. A caracterização física englobou os ensaios para determinação da granulometria, limites de Atterberg e a massa específica dos grãos. Já caracterização mineralógica englobou ensaios de Análise Química, Análise Térmica Diferencial e Gravimétrica e Difração de Raios X. E a confecção dos corpos-de-prova foi a etapa em que foram feitas as queimas e a ruptura de acordo com a necessidade do presente trabalho.

3.3.1 – Caracterização Física

A caracterização física foi realizada a partir dos seguintes ensaios:

- Análises Granulométricas (AG);
- Limites de Atterberg (LA);
- Massa Específica dos Grãos (MEG).

A determinação do tamanho das partículas foi executada de acordo com a norma ABNT NBR 7181 (1984), no laboratório de Mecânica dos Solos do LECIV/CCT/UENF. Até a peneira ABNT nº 200 (0,074mm), as amostras foram classificadas por peneiramento. Abaixo deste diâmetro, foi utilizado o ensaio de sedimentação (segundo a lei de Stokes). No ensaio de sedimentação a substância hexametáfosfato de sódio agiu como defloculante, que já teve sua eficiência comprovada na dispersão das partículas em várias pesquisas realizadas no próprio laboratório.

A classificação do solo foi feita de acordo com CASAGRANDE (1942) – Unified Soil Classification System, muito utilizado pelo U.S Bureau of Reclamation (barragens) e U.S. Army Corps of Engineers (aeroportos).

Para a realização dos ensaios de Limite de Liquidez (LL) e Limite de Plasticidade (LP) o solo primeiramente é destorroado e passado na peneira ABNT nº 40 (0,42 mm). O ensaio de Limite de Liquidez é feito conforme a ABNT NBR 6459 (1984), para isso utilizou-se o aparelho de Casagrande. Para o limite de plasticidade é utilizado uma placa esmerilada e foi feito de acordo com a ABNT NBR 7180 (1984).

No ensaio que determina a Massa Específica dos Grãos, foi utilizado o picnômetro e o ensaio segue as recomendações das respectivas normas: ABNT NBR 6508/84 e ABNT NBR 6457/86.

3.3.2 – Caracterização Mineralógica

A caracterização mineralógica compreende os ensaios de composição química, difração de raios X, análises térmicas e microscopia de varredura eletrônica. Todos os ensaios são uns complementares e permitiu identificar os minerais presentes nas amostras, determinar temperaturas de queima e entender o comportamento mecânico do material. Esses ensaios foram realizados na forma de pó, sendo o material sendo passado na peneira 200 da ABNT e suas peculiaridades são descritos nos parágrafos seguintes.

O ensaio de composição química fornece a composição do material analisado em torno de seus elementos constituintes e quantidades. Sua composição

foi determinada através da Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDX), em um equipamento da Shimadzu EDX-700 do LECIV/CCT/UENF, conforme mostrado na Figura 3.2.



Figura 3.2 - Equipamento para análise química

Feita a análise química da amostra, partiu-se para a determinação das fases cristalinas presentes nas argilas estudadas e definição da temperatura de queima a utilizadas nesta dissertação. Para isso foram feitos os ensaios de difração de raios x e análise térmica.

O ensaio de raios X foi feito no aparelho modelo XRD-7000 da SHIMADZU do LAMAV/CCT/UENF. Sobre a amostra foram aplicadas radiações cobre e o ângulo de variação foi de 5° a 60°.

Antes de identificar ainda os picos obtidos nos ensaio de raios x, foram feitos os ensaios de análise térmica diferencial e termogravimétrica. Utilizou-se nesse ensaio 30mg de amostras, e o ensaio foi realizado a uma taxa de 10°C/min⁻¹, em atmosfera de nitrogênio até a temperatura de 1000°C. As curvas TG/DTG foram obtidas numa termobalança da marca Shimadzu, modelo TGA-51 do LAMAV/CCT/UENF.

3.3.3 – Confecção Dos Corpos De Prova

Para a confecção dos corpos de prova foi escolhido o processo de prensagem, que apesar de ser um processo mais lento em relação ao processo de extrusão, existe um melhor controle na execução o que proporciona resultados mais

uniformes, diminuindo o erro experimental (AMORÓS, 2000). A compactação foi realizada em uma prensa hidráulica com controle manual sob pressão de 20 MPa.

Foram confeccionados de acordo com o seguinte planejamento, conforme mostrado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Número de corpos-de-prova confeccionados

	A-100	B-100	C-100	AB-50	AC-50	BC-50	ABC-33
500	10	10	10	10	10	10	10
700	10	10	10	10	10	10	10
900	10	10	10	10	10	10	10
Total de 210 CP's fabricados com umidade de 7,8%							

Para o presente trabalho definiu-se que a nomenclatura para identificação das misturas seria a seguinte: X-X, XY-XY, XYZ-X,Y ou Z. Logo tem-se:

- X-X – Composição pura do Solo X – com X por cento;
- XY-XY – Composição dos solos XY na proporção igual de XY para cada um deles;
- XYZ-X,Y ou Z – Composição dos Solos XYZ, na proporção maior para o solo X, Y ou Z, com os outros participando com suas partes iguais totalizando 100%.

Para esse processo de prensagem uniaxial usou-se uma matriz de aço retangular conforme ilustrado na Figura 3.3, a seguir:



Figura 3.3 - Matriz retangular para confecção do corpo de prova

Depois de confeccionados os corpos-de-prova, foram feitas medições a partir de um paquímetro nas três dimensões da amostra recém-confeccionada, posteriormente foram realizados a secagem em estufa numa temperatura de 110°C. A calcinação dos corpos-de-prova foi dada nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C, estas fixadas após a análise térmica, anotando-se suas respectivas dimensões.

3.3.4 – Cálculo da Variação Linear (VL), Porosidade Aparente (PA), Massa Específica Aparente (MEA) e Tensão de Ruptura à Flexão de Três Pontos (TR)

A equação usada para calcular a variação linear é dada a seguir, e seus resultados são expressos em forma de porcentagem:

$$VL_{(\%)} = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad (3.1)$$

Para amostra à 110°C, temos:

L1 = Corpo-de-prova úmido (cm);

L2 = Corpo-de-prova seco à 110°C (cm).

Para amostras calcinadas:

L1 – Corpo-de-prova seco à 110°C (cm);

L2 – Corpo-de-prova calcinado (cm).

Para a realização dos ensaios para a determinação desses parâmetros o procedimento realizado foi o seguinte:

- Pesaram-se as amostras calcinadas;
- As amostras são submergidas num recipiente de água quarenta e oito horas;
- Depois de retirado o excesso de água superficial através de um pano úmido, as amostras são pesadas novamente obtendo-se assim o peso saturado;

- Em seguida a balança é calibrada com uma sexta imersa em água, para que possam ser colocadas em seguida a amostra dentro desse recipiente de forma a obter o peso imerso (P_i) em água.

O resultado para absorção de água foi obtido dividindo a diferença da amostra saturada (P_{sat}) e o peso seco (P_s), por seu peso seco. Sendo seus valores expressos em porcentagem.

$$AA_{(\%)} = \left(\frac{P_{sat} - P_s}{P_s} \right) \times 100 \quad (3.2)$$

A porosidade aparente foi calculada pela expressão 3.3.

$$PA = \left(\frac{P_{sat} - P_s}{P_{sat} - P_i} \right) \quad (3.3)$$

Foi obtida a partir da relação entre a massa do agregado seco e seu volume (V_a), incluindo os poros permeáveis. Sendo calculada por qualquer uma dessas fórmulas a seguir:

$$MEA_{\left(\frac{g}{cm^3}\right)} = \frac{P_{sat}}{V_A} = \frac{PA}{AA} = \frac{P_s}{P_{sat} - P_i} \quad (3.4)$$

Para verificar o quanto o material resiste à flexão, o ensaio consistiu em aplicar uma carga centrada na vigota biapoiada de distância variável de acordo com a necessidade. O resultado é obtido utilizando a fórmula a seguir:

$$T_r_{\left(\frac{kgf}{cm^2}\right)} = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (3.5)$$

T_r – Tensão de ruptura;

P – Força aplicada no corpo-de-prova;

L – Distância entre eixos dos apoios.

3.4 – APLICAÇÃO DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL NA REDE SIMPLEX

O primeiro passo do planejamento experimental em Rede Simplex foi obter três matérias-primas com granulometria distintas, onde foram postulados três

modelos (linear, quadrático e cúbico) que descreveriam o comportamento à tensão de ruptura à flexão de três pontos. Para avaliar a eficiência dos modelos, foram aplicados testes estatísticos.

A Rede Simplex teve como objetivo a otimização de massas. Para isso a rede permite a predição dos resultados baseados em modelos estatísticos de regressão. Para tal, foram feitas misturas de três massas em diferentes proporções conforme mostrado na figura 3.4. Para alimentar a rede simplex, bem como a distribuição de Weibull, foram feitas 10 amostras das quais se aproveitou três destas, selecionando-a de acordo com a probabilidade de falha de o material romper-se, este obtido por meio da distribuição de Weibull.

Na predição dos resultados foram utilizados três modelos diferentes: o modelo linear, quadrático e cúbico especial.

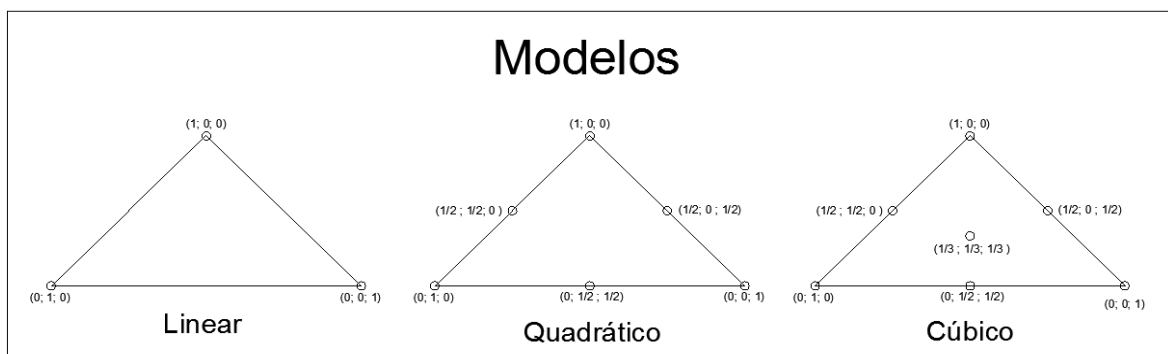


Figura 3.4 - Triângulo planejamento simplex

Para determinar a equação que prever o resultado à flexão em qualquer propoção de massas que envolvem ou não aquela composição, é necessário determinar o parâmetro b , da Equação 3.6. Esta equação dá uma solução geral para o ajuste por mínimos quadrados, independente do número de observações ou o número de parâmetros necessário para caracterizar o modelo. Entretanto, para a solução existir é necessário que a $X^t.X$ não seja singular e que os modelos sejam linearmente independente (ALEXANDRE, 2000; CORNELL, 1990).

$$\mathbf{b} = (\mathbf{X}^t \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^t \cdot \mathbf{y} \quad (3.6)$$

Tendo apenas como restrição que a matriz $X^t.X$ seja singular. Uma vez obtidos os parâmetros, b , para cada mistura, temos para cada modelo adotado as seguintes equações resposta:

- Modelo Linear:

$$\hat{y} = b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 \quad (3.7)$$

- Modelo Quadrático

$$\hat{y} = b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_{12} + b_{13}X_{13} + b_{23}X_{23} \quad (3.8)$$

- Modelo Cúbico Especial

$$\hat{y} = b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{123}X_1X_2X_3 \quad (3.9)$$

Onde:

\hat{y}_i – componente puro;

\hat{y}_{ij} – dois componentes presentes em partes iguais;

\hat{y}_{ijk} – três componentes estão presentes em partes iguais.

3.5 – ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Para efeito melhor compreender e analisar os resultados obtidos a partir da tensão de ruptura à flexão foi aplicado aos resultados a Probabilidade de Weibull e a Análise de Variância nos resultados da Rede Simplex.

A análise de variância é um teste estatístico que serve para verificar se existe uma diferença significativa entre as médias e se os fatores exercem influência em alguma variável dependente. Os fatores propostos podem ser de origem qualitativa ou quantitativa, mas a variável dependente necessariamente deverá ser contínua. A análise de variância circundou as seguintes fontes de variação: regressão, resíduo deixado pelo modelo, a falta de ajuste e o erro puro. No quadro da Tabela 3.2, são colocadas todas as equações aplicadas na análise estatística de variância, Anova, bem como as equações que prescrevem a Variação Explicada pela equação predição da Rede Simplex e a porcentagem Máxima de Variação Explicável.

Tabela 3.2 – Quadro Anova

Fonte de Variação	Soma Quadrática	Nº de g. l.	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	$MQ_r = SQ_r / (n - p)$
F. 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	$SQ_T = \sum_i^m \sum_j^{n_i} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$	n - 1	
% Variação Explicada	SQ_R / SQ_T		
% Máxima de Variação Explicável	$(SQ_T - SQ_{ep}) / SQ_T$		

Quando os erros seguem uma distribuição normal, pode-se através da análise de variância usando as médias quadráticas testar se a equação de regressão é estatisticamente significativa. Para isso tem-se que se a razão entre MQ_R/MQ_r for maior que 5 vezes o valor de F_{v_1, v_2} , significa que a equação regressão é significativa, ou seja, o parâmetro de resposta do modelo é diferente de zero.

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} > 5F_{v_1, v_2} \quad (3.10)$$

Onde:

v_1 = graus de liberdade da média quadrática devido regressão;

v_2 = graus de liberdade da média quadrática residual;

n = número total de experimentos;

m = número de níveis da variável independente;

p = número de parâmetros do modelo.

A distribuição Weibull foi empregada de forma a verificar a homogeneidade da amostra com relação à fratura em três pontos, além de nos permitir fazer uma

análise mais criteriosa sobre qual é a melhor composição, verificando através de gráficos gerados para cada caso a sua probabilidade de fratura.

Para aplicar à probabilidade de Weibull (P), as amostras tiveram seus resultados, para resistência à tração, dispostos de forma crescente e também foi atribuído um índice, e sua probabilidade, P, foi calculada segundo a equação 3.11.

$$P_i = \frac{i-0,3}{n+0,4} \quad (3.11)$$

Onde:

P – probabilidade de Weibull ou probabilidade de falha;

n – número de corpo de prova;

i – posição da tensão de ruptura à flexão.

Para diferenciar um lote de outro é importante analisar a dispersão que cada grupo analisado apresenta. O módulo de Weibull, m, descreve esse comportamento, onde quanto maior é o seu valor maior será a confiabilidade do material (ou seja, menor é a dispersão apresentada). Nesse trabalho o valor de m foi obtido a partir da regressão linear obtido por meio da plotagem gráfica dos valores para o eixo x de $\ln(\sigma)$ e para o eixo y os valores de $\ln\{\ln[1/(1-P)]\}$.

CAPÍTULO 4 - RESULTADOS

O presente capítulo tem como objetivo mostrar todos os resultados apurados nos ensaios realizados em laboratório durante toda pesquisa, como sua posterior comparação com o que foi obtido da literatura.

4.1 – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A distribuição granulométrica dos Solos A, B e C encontra-se entre 40% e 80% no que diz respeito ao mínimo e ao máximo teor de argila contida em cada solo e suas porcentagens de silte variaram de 18% a 37%. Observa-se também que o solo A é o que contém em sua granulometria a maior porcentagem de areia e silte conforme pode ser observado na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Granulometria das argilas

Porcentagens Granulométricas					
Solo	Areia			Silte	Argila
	Grossa	Média	Fina		
A	1	2,2	13,2	36,9	46,7
B	0	0	0,9	18,5	80,5
C	0,9	0,7	5,1	36,1	56,3

Segundo PEDROTI (2007) a faixa granulométrica recomendada a ser utilizada no processo de fabricação da cerâmica vermelha deve estar entre 30% a 70%. Porém para o presente estudo apesar do Solo B estar com uma porcentagem um pouco maior, os resultados para a composição de 100% e para suas demais misturas apresentaram resultados bons resultados. As Figuras 4.1, 4.2 e 4.3, representam a distribuição granulométrica dos Solos A, B e C, respectivamente.

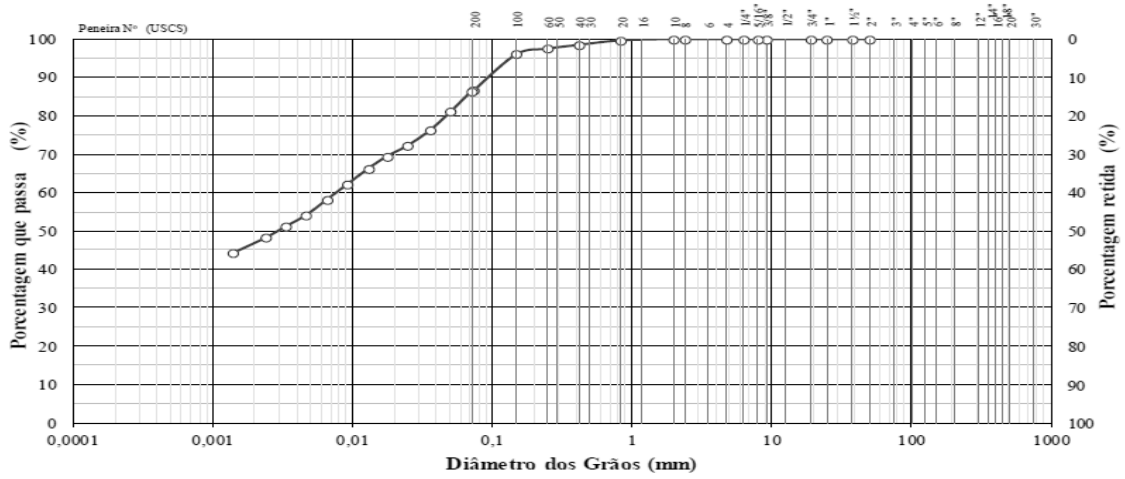


Figura 4.1- - Distribuição granulométrica do Solo A

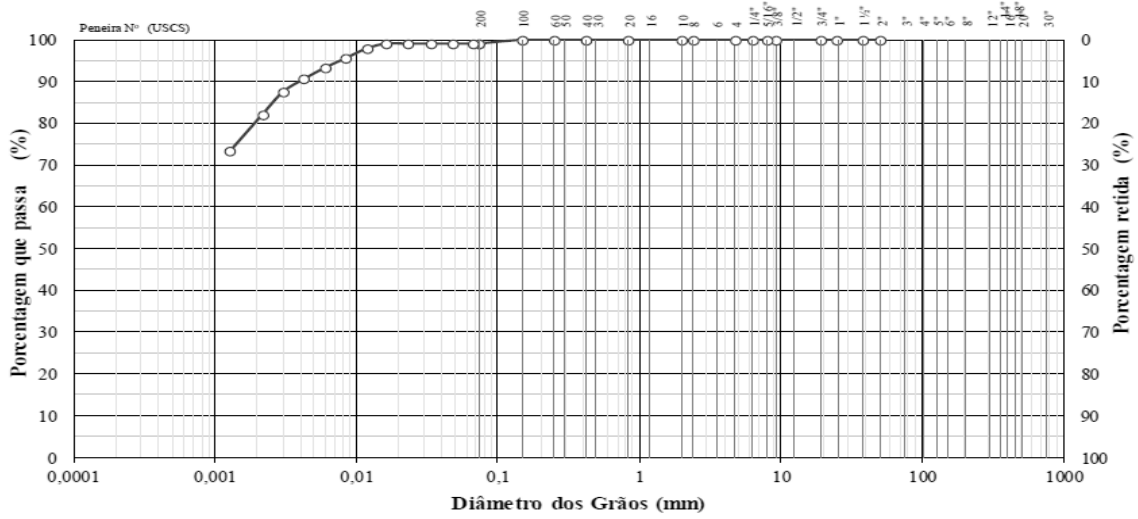


Figura 4.2 - Distribuição granulométrica do Solo B

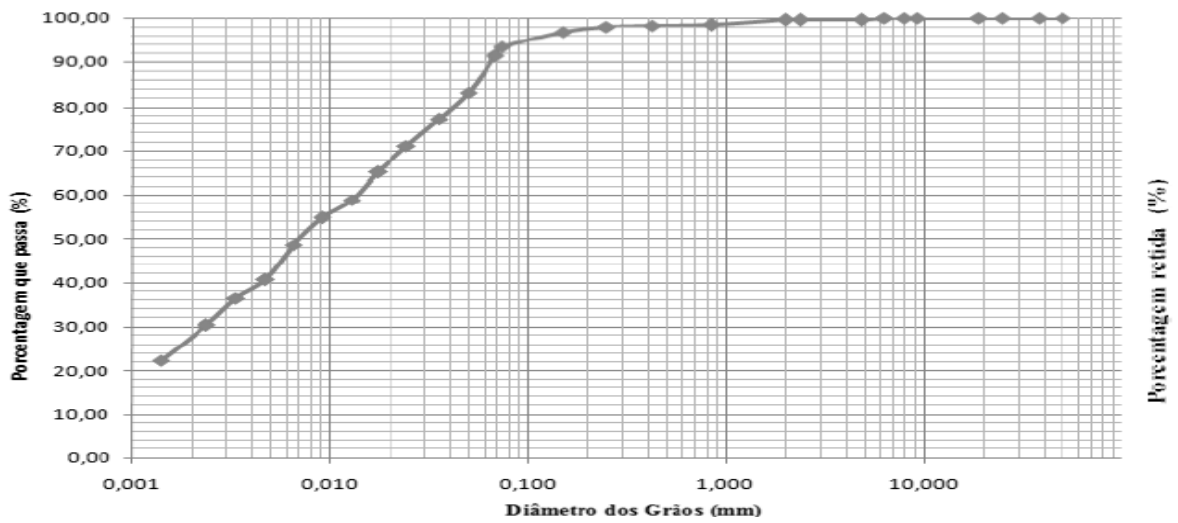


Figura 4.3 - Distribuição granulométrica do Solo C

4.2 – LIMITE DE ATTERBERG E DENSIDADE REAL DOS GRÃOS

Os resultados para a densidade real dos grãos e os índices de Atterberg encontrados nesta dissertação e por PEDROTI (2007), XAVIER (2001) e ALMEIDA (2012) para os solos pesquisados por eles na baixada campista são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Distribuição granulométrica do Solo C

	PESQUISA ATUAL			PEDROTI (2007)	XAVIER (2001)	ALMEIDA (2012)
	SOLO A	SOLO B	SOLO C			
LL	59,9	75	78,5	59,5	59	59
LP	29,2	29	44,7	30,2	29	32,4
IP	30,7	46	33,8	29,3	30	26,6
Y_g	2,64	2,57	2,25	2,81	2,66	2,64
USCS	CH	CH	CH	CH	CH	CH

Os solos estudados nesta dissertação apresentaram para os limites de Atterberg valores encontrados geralmente para as argilas caulínicas de Campos dos Goytacazes/RJ, onde: os limites de liquidez se encontram acima de 50%, os limites de plasticidade acima de 25% e o índice de plasticidade acima de 29% como nota-se nos estudos realizados por alguns pesquisadores (ALEXANDRE, 1997 e 2000; XAVIER, 2001; VIEIRA, 2005).

4.3 – ANÁLISE QUÍMICA

A Tabela 4.3 apresenta os resultados para a análise quantitativa dos elementos químicos encontrados nas argilas estudadas nesta pesquisa:

Tabela 4.3 - Composição dos elementos químicos

SOLOS	ELEMENTOS (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	CaO	SO ₃	TiO ₂	Outros
A	49,97	33,64	8,95	3,052	0,16	0,63	1,74	1,61	0,248
B	50,01	40,25	4,31	1,02	0,05	0,6	1,99	1,41	0,36
C	51,43	37,08	6,51	2,06	1,09	1,03	0,13	0,56	0,11

Os resultados para o óxido de silício (SiO_2) em torno de 50% pode ser um forte indicativo da presença de sílica livre e de argilominerais como a caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) que tem sido verificada por diversos pesquisadores (XAVIER, 2001; ALEXANDRE, 2000; PEDROTI, 2007) da região além da ilita para os três solos analisados. Segundo XAVIER (2001): “o óxido de alumínio combina quase totalmente formando argilominerais, podendo ainda ser devido a hidróxidos como gipsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$)”, outro mineral comumente encontrado na região de Campos dos Goytacazes/RJ. O óxido de ferro (Fe_2O_3), presente em sua maior quantidade no Solo A (>8%), atua como um fundente além de poder dar um tom mais avermelhado à argila no pós-queima, bem como indicar a presença de goetita ($\text{FeO} \cdot \text{OH}$) que se transforma em hematita a partir de 307° como sugere FERREIRA *et. al.* (2012). O elevado valor de potássio presente principalmente no Solo A pode indicar a presença da mica e do feldspato.

Dentre os resultados encontrados na literatura com os resultados vistos na tabela anterior, conclui-se que tais argilas podem ser utilizadas para a fabricação da cerâmica vermelha.

4.4 – ANÁLISE TÉRMICA

A temperatura de queima foi obtida a partir dos ensaios de Análise Térmica Diferencial (ATD) e Termogravimétrica, obtendo posteriormente suas respectivas curvas para sua análise. É importante ressaltar que a temperatura escolhida estivesse fora dos picos endotérmicos e exotérmicos, pois é nesse momento que estão ocorrendo as principais mudanças de fase na estrutura do mineral.

As Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 fornecem informações importantes acerca da escolha da temperatura de queima. De acordo com os resultados da Análise Térmica Diferencial é possível observar a existência de picos endotérmicos entre as temperaturas de 120°C à 170°C , estes possivelmente relacionados à perda de água. Entre as temperaturas de 300°C e 360°C , ocorrem outros picos endotérmicos, que podem estar relacionados à formação da gipsita. Entre as temperaturas de 450°C e 630°C ocorrem a desidroxilação ou perda de água química da estrutura em todas as argilas. A perda de água química ocorre de forma mais abrupta em caulins onde nos dá a evidência que tal mineral se transformou em meta-caulim. Ainda nessa

temperatura pode existir um aumento na porosidade (RICE, 2005). Entre 920° e 950°C ocorreu um pico exotérmico que possivelmente está relacionado à formação de espinélio que ocorre após a destruição total da estrutura mica/ilita.

Para a análise termogravimétrica teremos que a maior perda total de massa ocorrerá para o Solo B, seguidos pelo Solo C e A respectivamente (24,38%, 12,85%, 8,87%).

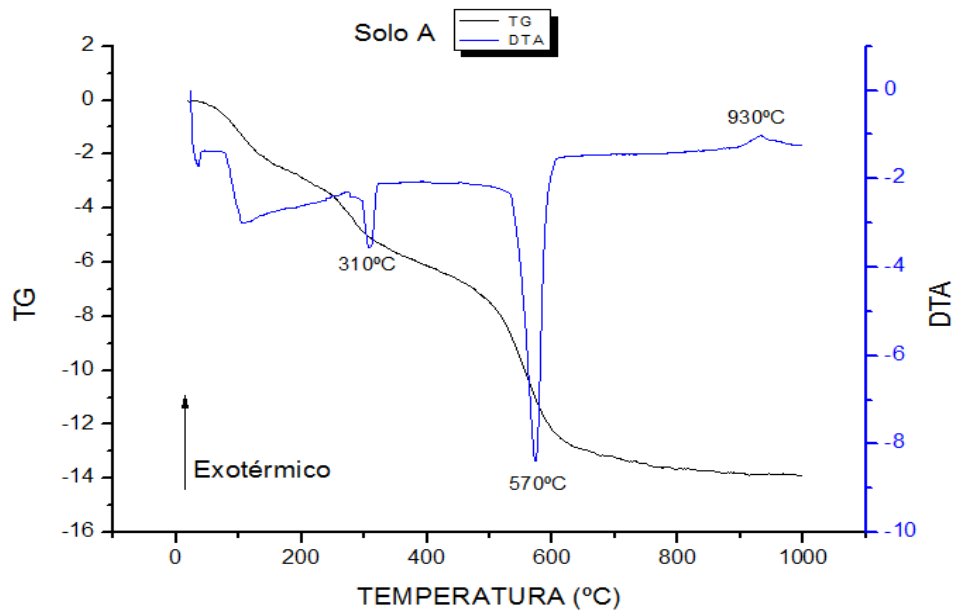


Figura 4.4 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo A

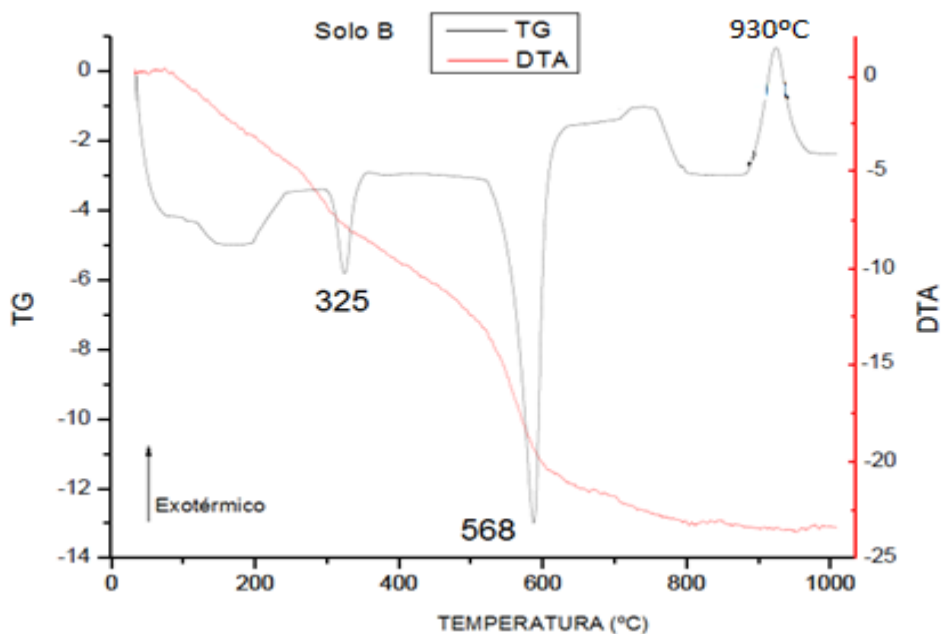


Figura 4.5 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo B

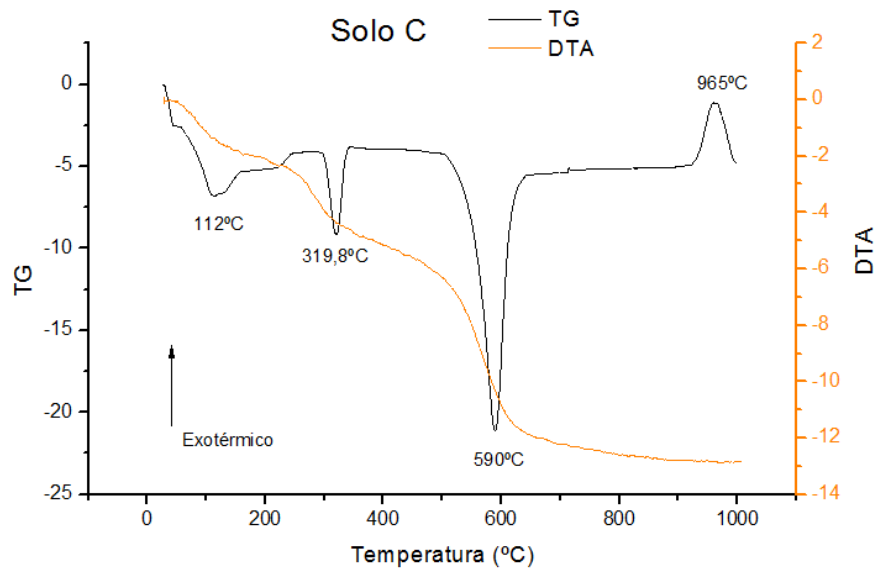


Figura 4.6 - Análises Térmicas Diferencial e Termogravimétricas do solo C

4.5 – ANÁLISE MINERALÓGICA

A partir dos resultados dos difratogramas apresentados nas Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 para os Solos A, B e C respectivamente, é possível identificar a presença dos seguintes minerais: Caulinita, Quartzo, Ilita/Mica, Gipsita e Goetita.

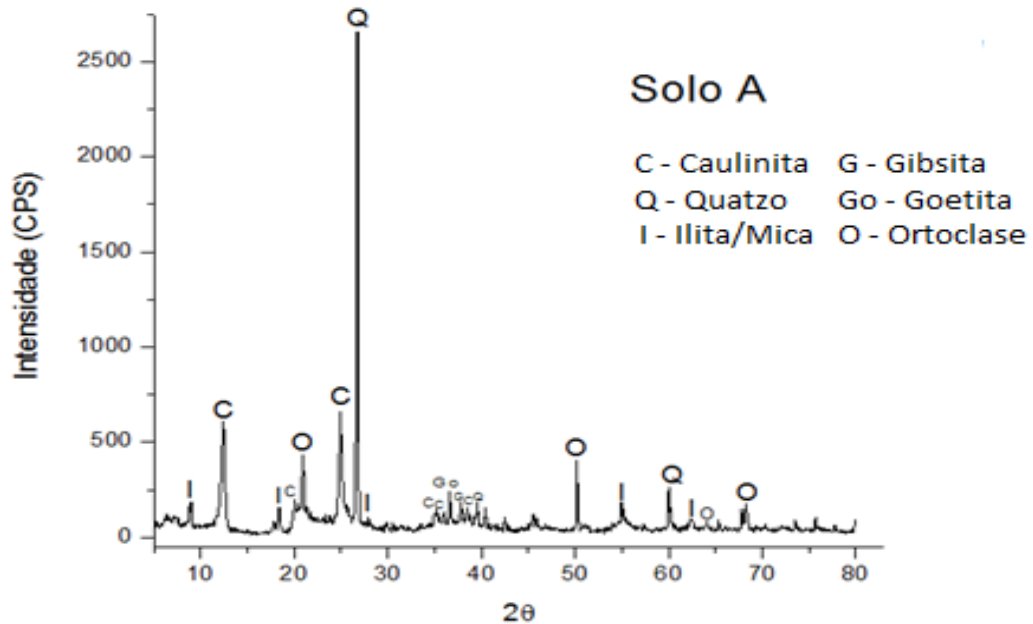


Figura 4.7 - Difratograma do solo A

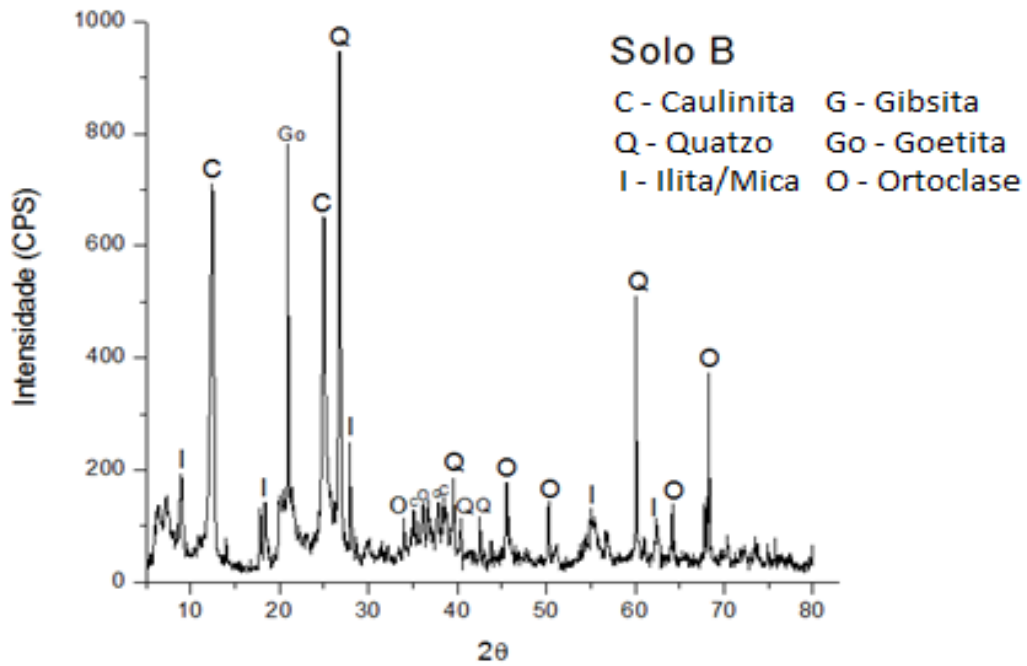


Figura 4.8 - Difratoograma do solo B

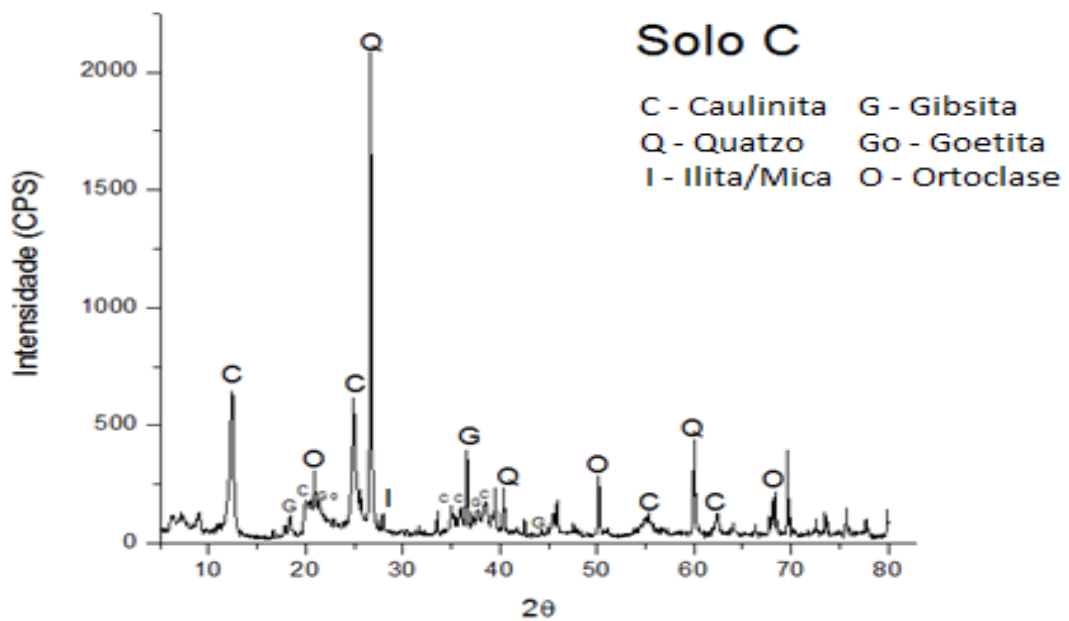


Figura 4.9 - Difratoograma do solo C

4.6 – RESULTADOS DOS ENSAIOS FÍSICOS

A seguir serão apresentados os resultados para a análise dos Solos A, B e C em sua Variação Linear, Absorção de Água, Porosidade Aparente e Massa Específica Aparente.

4.6.1 – Variação Linear (VL)

Observou-se que nos três tipos de solos estudados a variação linear acompanhou o aumento da temperatura, ou seja, à medida que sua temperatura foi aumentando a variação linear também aumentou verificando assim uma variação máxima de 4% para o Solo B quando queimado à 900°C, conforme mostrado na Figura 4.10. Tal variação talvez possa ser explicada pelo elevado teor de partículas finas, o que faz reter maior porcentagem de água e que por sua vez quando levado ao processo da queima pode ocasionar a uma retração maior em sua dimensão. As argilas estudadas por GRUN (2007) apresentou resultados para a variação linear em torno de 12% quando queimado à 900°C.

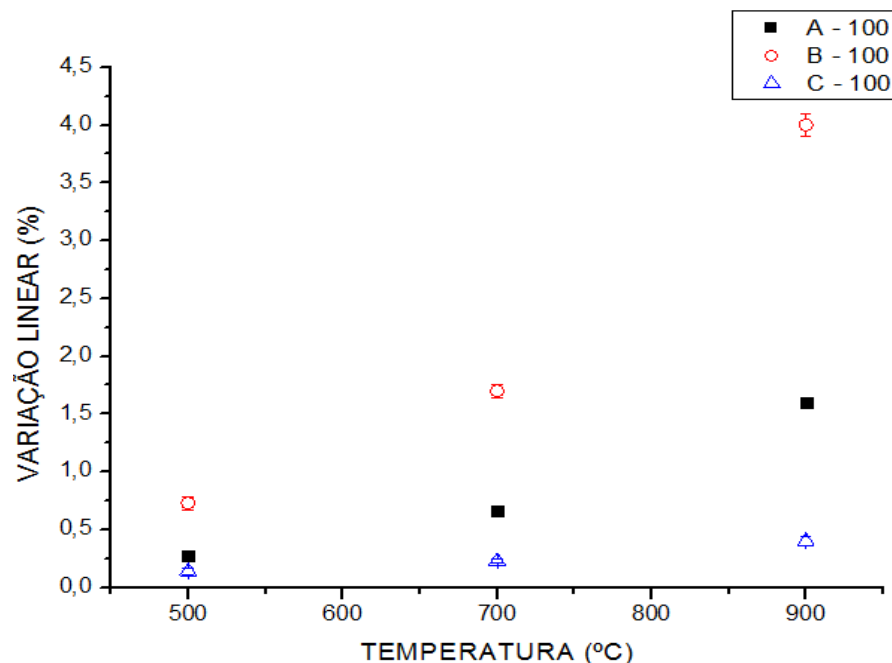


Figura 4.10 - Variação linear dos solos A, B e C

4.6.2 – Absorção de Água (AA)

No gráfico da Figura 4.11, nota-se que a absorção de água varia de acordo com a temperatura, fato este evidenciado nos estudos sobre a cerâmica vermelha (ALEXANDRE, 1997; XAVIER, 2006; PEDROTI, 2007). No que tange tal variação, o solo C apresentou a menor taxa de absorção de água; e notou-se um comportamento idêntico dos solos A e B para a temperatura de 900°C.

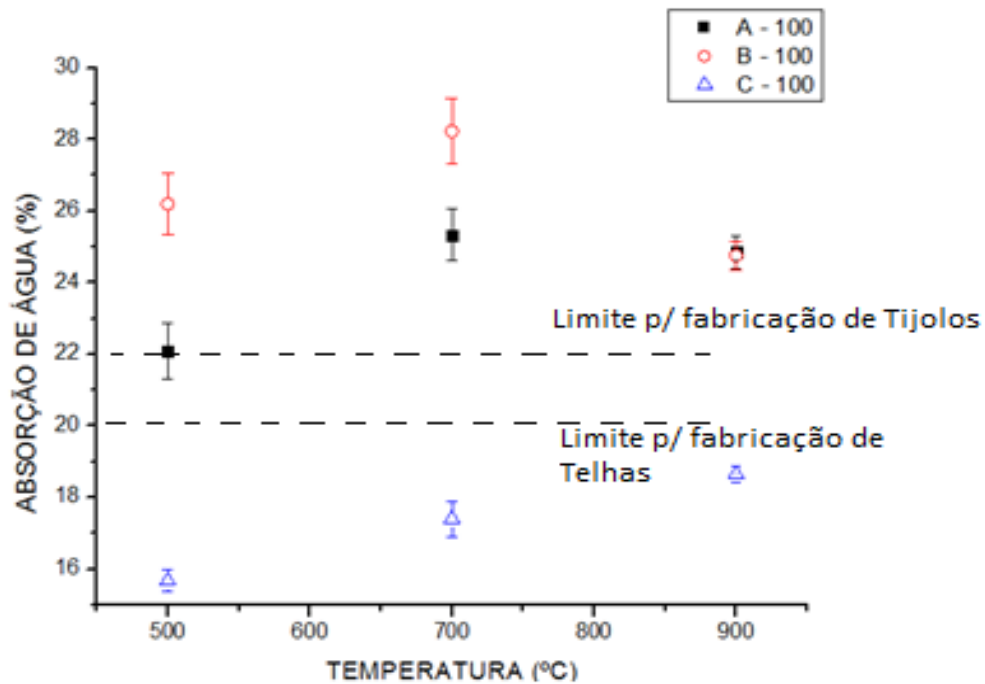


Figura 4.11 - Absorção de Água para os solos A, B e C

SANTOS (1989) faz a recomendação de que a absorção de água máxima para a fabricação de tijolos seja de 25%. A Associação Brasileira de Normas Técnicas com sua norma, ABNT NBR 15270-1 (2005), traz a recomendação de que os valores de Absorção de Água não sejam inferiores a 8% e nem superiores a 22%.

Considerando as recomendações de SANTOS (1989) já na temperatura de 700°C, os Solos A e B podem sair padrão recomendado pelo pesquisador. A norma, entretanto é a ser seguida, fazendo então com que já na temperatura de 500° o Solo A já seja descartada.

O Solo C além de estar dentro dos padrões recomendados para a fabricação de tijolos, ele também se enquadra dentro do limite recomendado para a fabricação de telhas no que diz respeito à absorção de água.

4.6.3 – Porosidade Aparente (PA)

A partir do gráfico apresentado na Figura 4.12 conclui que os solos A e B possuem comportamentos semelhantes para as temperaturas de 500°C e 700°C e diferem-se apenas nas temperaturas de 900°C. O solo C novamente é o solo com os menores índices, tendo então para a porosidade aparente seus valores variando na faixa de 27% a 34%.

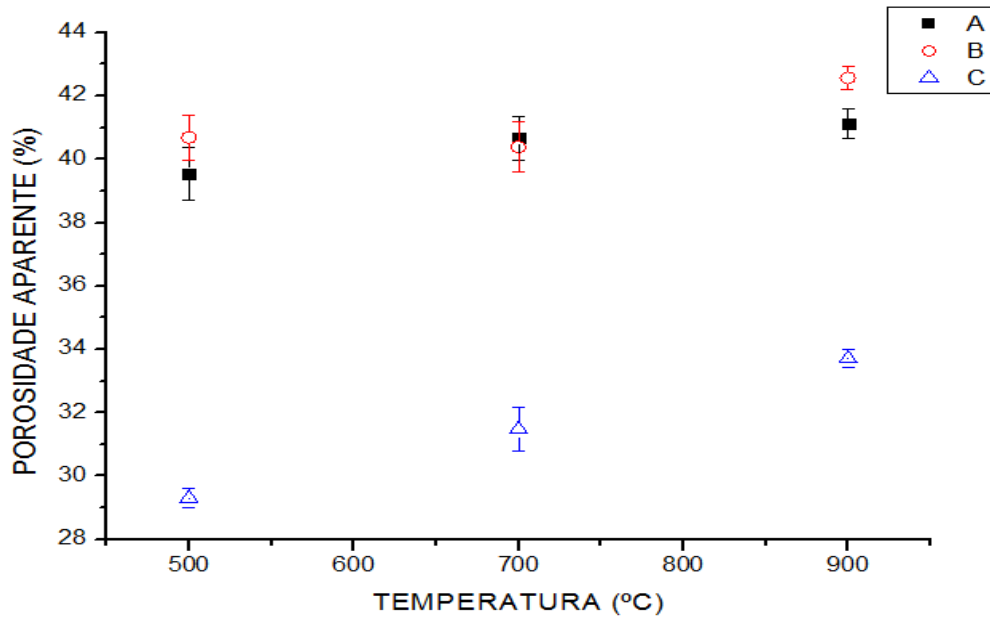


Figura 4.12 - Porosidade Aparente dos solos A, B e C

4.6.4 – Massa Específica Aparente

Observa-se no gráfico apresentado na Figura 4.13 que o solo A e B apresentam o mesmo comportamento na temperatura de 900°C.

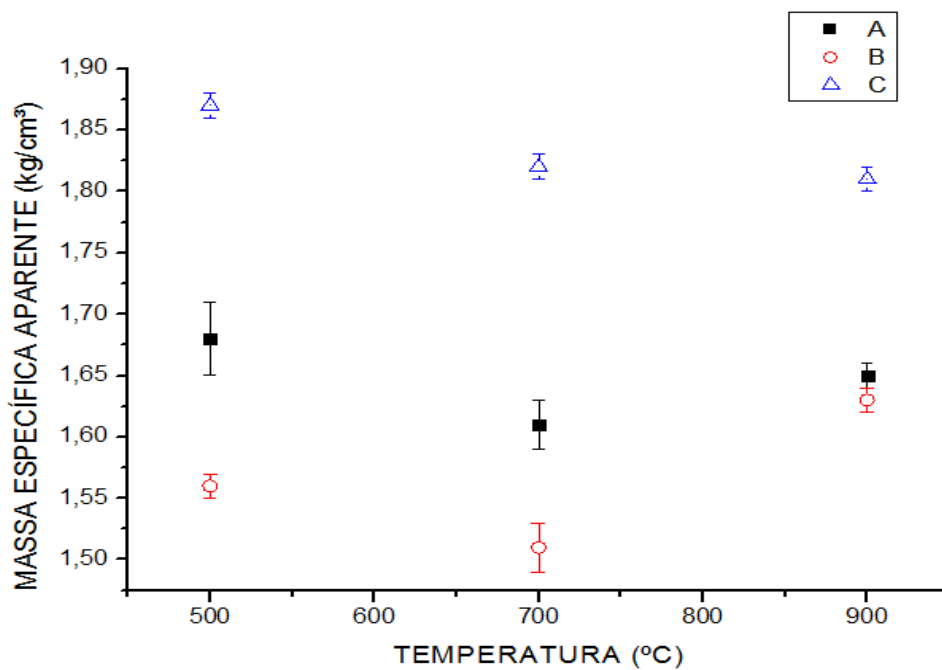


Figura 4.13 - Massa Específica Aparente dos solos A, B e C

Nota-se que para o solo C a massa específica aparente do solo C decaiu em função da temperatura. O solo B perdeu massa na temperatura de 700°, voltou a ganhar massa à 900°C. O solo B é o solo com a menor massa específica quando

queimado à 500°C, porém diferentemente dos outros existe o ganho de massa específica à 900°C. Os solos A e B estão dentro dos valores avaliados por ALEXANDRE (1997), que estão próximos a 1,6 g/cm³.

4.7 – TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO

A análise da tensão de ruptura à flexão (três pontos) é mais complicada, pois o material que é utilizado na fabricação da cerâmica vermelha, a argila, confere grande variabilidade para os resultados à flexão. Aplicar a estatística de Weibull, item 4.7.1, foi uma forma encontrada para tratar a dispersão.

A Figura 4.14 mostra os resultados da tensão de ruptura à flexão.

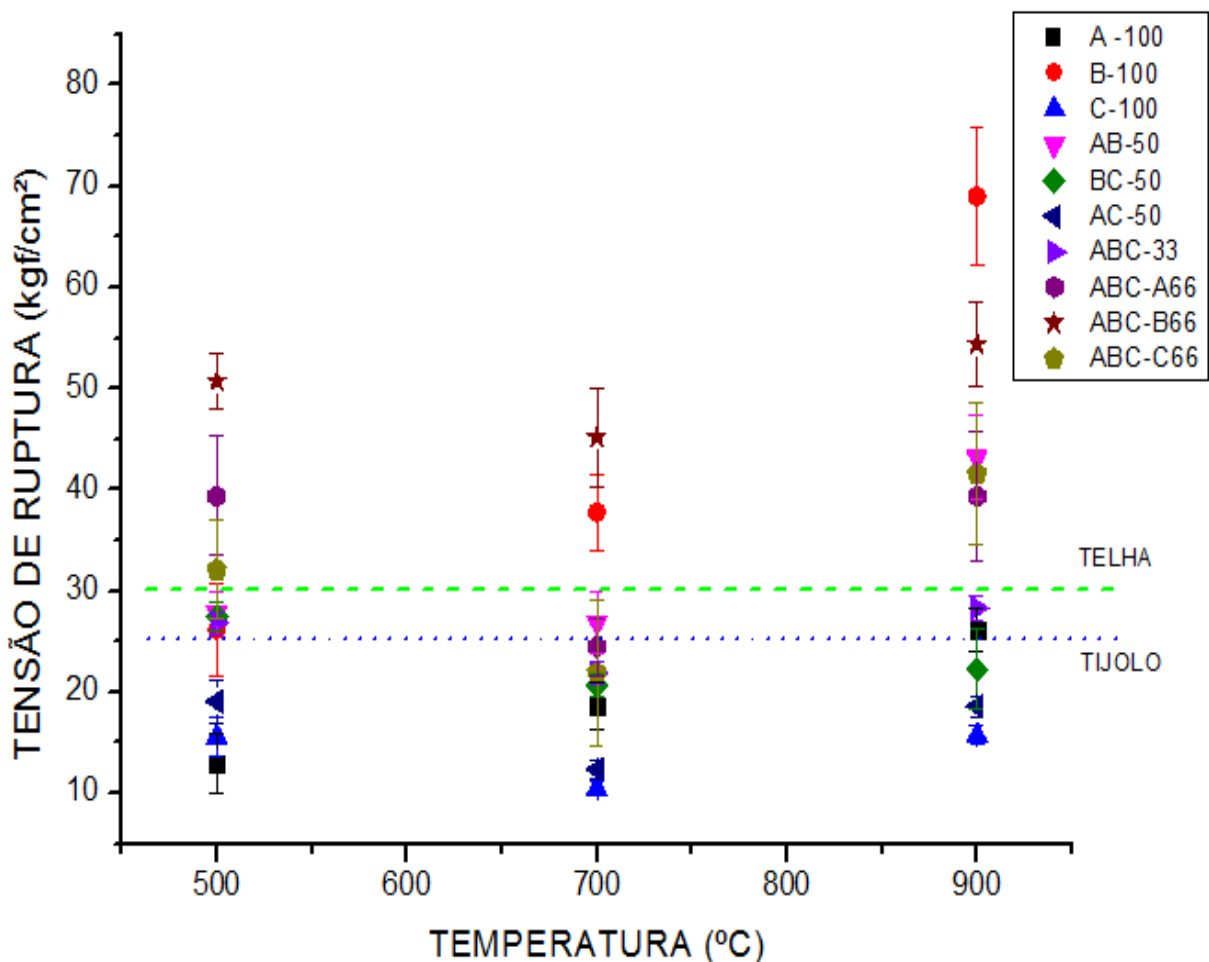


Figura 4.14 - Tensão de ruptura à flexão de três pontos de todas as composições

Analisando o gráfico nota-se que há certa confusão nos resultados, ou seja, existe certa dificuldade em afirmar qual argila ou mistura é a melhor para os solos estudados.

Ainda observando o gráfico a primeira conclusão que se pode ter é que o solo C não possui resistência à flexão suficiente para se enquadrar aos padrões recomendados por norma. Além dessa conclusão em torno do solo C, pode-se também concluir que os comportamentos como absorção de água, porosidade aparente e sua variação linear, apesar de serem baixos, não impediram que seu resultado à flexão não fosse suficientemente bom para enquadrar o solo quanto ao uso na fabricação de cerâmica vermelha, tais como tijolos e telhas. Observa-se que tal comportamento ainda comprometeu a resistência de todas as misturas que continham o solo C. A única mistura do solo C que apresentou resultados satisfatórios em termos de qualidade foi a ABC-C66, onde o solo se enquadrou nos parâmetros necessários apenas nas temperaturas de 500°C e 900°C.

4.7.1 – Probabilidade Weibull

A análise de Weibull foi realizada com o intuito de identificar o quão são confiáveis tais amostras. A Tabela 4.4 apresenta a probabilidade de falha (P_i) para as tensões numeradas de 1 a 10 utilizados nesse trabalho.

Tabela 4.4 - Probabilidade de falha

Posição	$P_i = \{(i-0,3)/(n+0,4)\}$	$\ln\{\ln[1/(1-P)]\}$
1	0,07	-2,66
2	0,16	-1,72
3	0,26	-1,20
4	0,36	-0,82
5	0,45	-0,51
6	0,55	-0,23
7	0,64	0,03
8	0,74	0,30
9	0,84	0,59
10	0,93	0,99

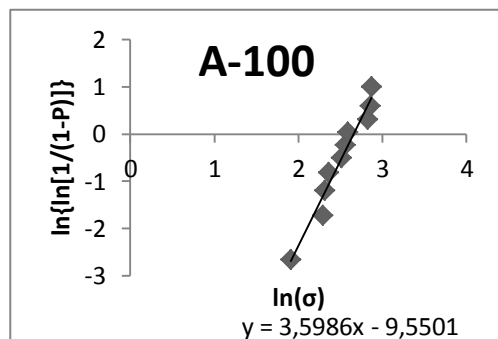
- **Temperatura de queima de 500°C**

O resultado da resistência à flexão de três pontos obtidos a partir da ruptura dos 10 corpos, para a temperatura de 500°C é apresentado na Tabela 4.5.

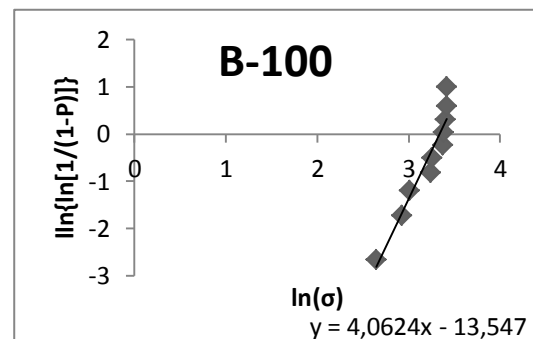
Tabela 4.5 - Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 500°C

POSIÇÃO	TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO (kgf/cm ²)									
	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
1	6,74	14,06	9,61	18,30	9,98	4,92	22,02	28,50	46,61	18,52
2	9,88	18,69	12,01	24,45	25,17	15,29	25,66	33,51	46,90	25,95
3	10,11	20,28	14,47	26,10	25,95	17,06	25,77	33,57	48,92	26,01
4	10,60	25,52	14,48	26,37	27,07	18,32	25,85	35,88	49,08	29,32
5	12,36	25,88	15,14	26,89	27,33	19,39	26,26	36,48	50,09	30,09
6	12,93	26,20	16,73	27,79	27,44	20,19	27,23	36,73	50,50	34,19
7	13,33	29,22	17,02	29,63	28,77	20,22	27,37	45,90	51,25	36,47
8	16,86	29,31	17,16	30,32	28,81	20,73	28,11	46,27	53,42	36,86
9	17,38	30,12	17,86	30,58	28,93	21,43	28,58	46,82	55,64	38,00
10	17,60	30,37	18,21	35,72	30,51	21,50	28,59	53,09	65,45	38,20

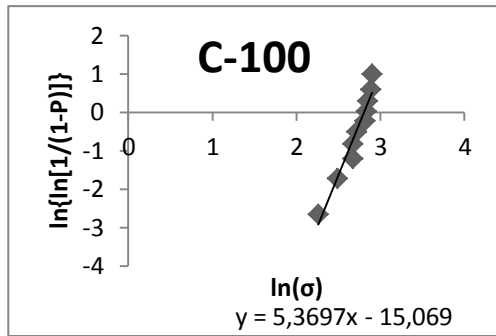
Os dados da Tabela 4.5 e suas respectivas probabilidades de falha foram obtidos por meio do Método da Posição Relativa, onde foram logaritmados, obtendo-se a plotagem gráfica de $\ln(\sigma)$ e $\ln\{\ln[1/(1-P)]\}$, e conseqüentemente a equação da reta a partir da regressão linear, conforme mostrado nos gráficos da Figura 4.15 a seguir:



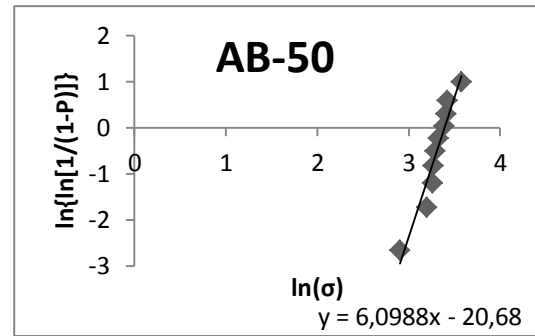
(a)



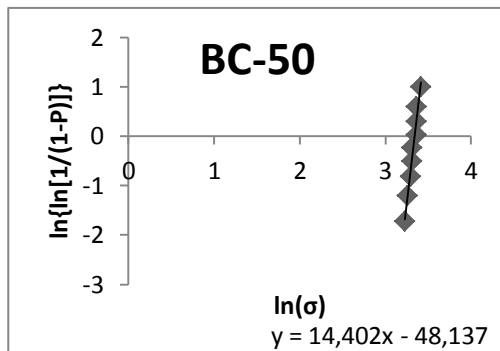
(b)



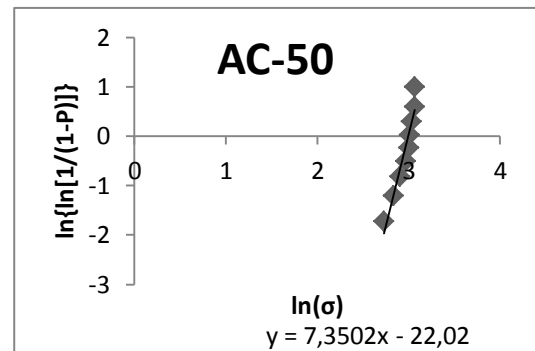
(c)



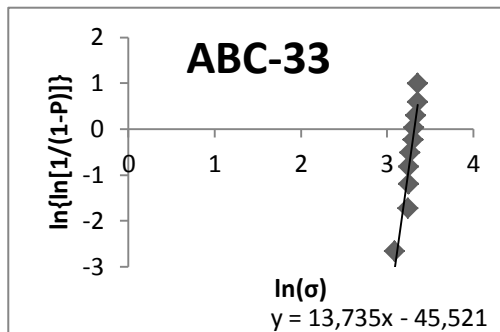
(d)



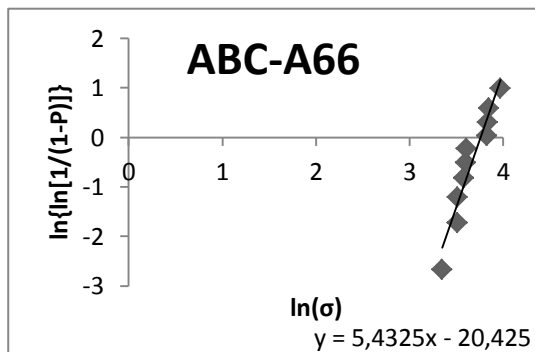
(e)



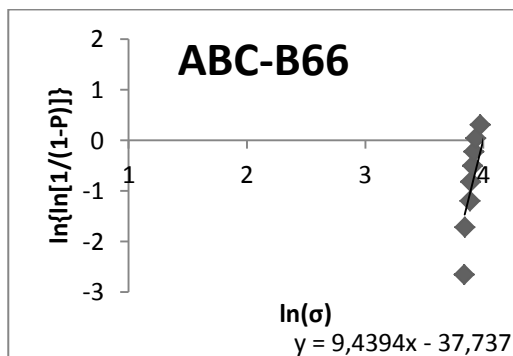
(f)



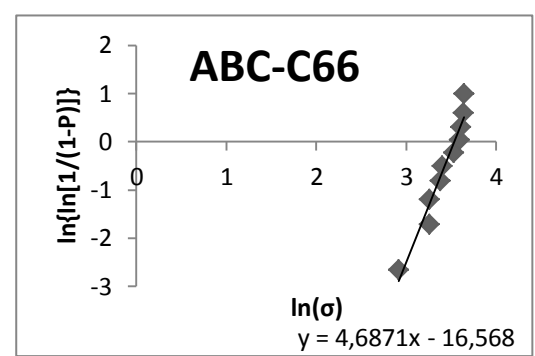
(g)



(h)



(i)



(j)

Figura 4.15 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura 500°C

Observa-se segundo a análise de Weibull, que a composição de melhor módulo (m) foram as BC-50, ABC-33 e ABC-B66, com m igual a 14,402, 13,735 e 9,435 respectivamente. Já o pior resultado é para a mistura A-100 (3,599).

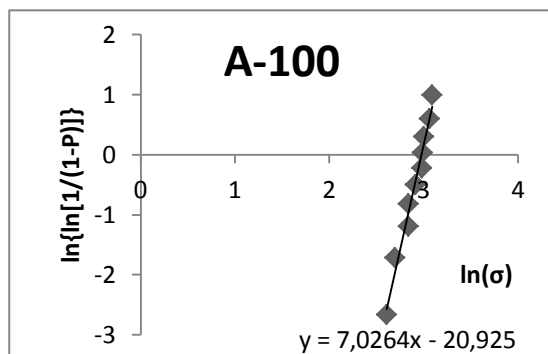
- **Temperatura de queima de 700°C**

O resultado da resistência à flexão de três pontos obtidos a partir da ruptura dos 10 corpos, para a temperatura de 700°C é apresentado na Tabela 4.6.

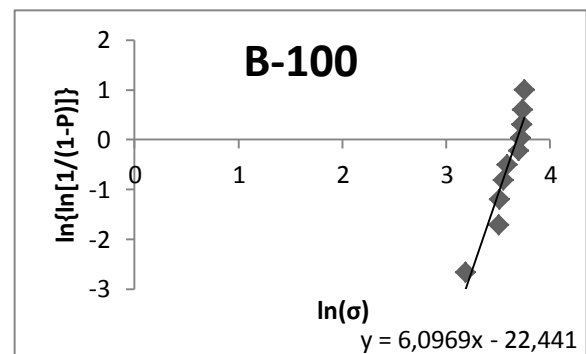
Tabela 4.6 -Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 700°C

POSIÇÃO	TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO (kgf/cm ²)									
	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
1	18,41	24,18	8,15	23,33	19,10	10,66	20,12	20,62	39,34	14,35
2	13,62	33,16	9,15	23,58	19,22	11,25	20,66	21,32	39,42	14,55
3	14,86	33,46	9,77	23,90	19,96	11,25	20,75	21,53	40,17	15,10
4	17,08	34,69	10,03	24,36	19,96	11,54	21,22	21,73	42,65	16,44
5	17,14	35,93	10,80	26,54	20,19	11,96	21,38	24,72	43,55	16,64
6	19,78	40,29	10,88	27,11	20,67	12,80	21,72	25,43	49,47	23,04
7	19,84	41,06	10,96	27,36	20,80	13,09	22,95	25,76	50,22	27,85
8	20,15	41,56	10,97	29,81	21,91	13,29	23,18	26,21	50,76	30,19
9	21,48	41,81	11,26	32,39	22,46	13,71	23,56	29,38	57,55	31,68
10	22,00	42,63	11,64	32,92	23,89	14,18	25,94	30,34	61,80	31,88

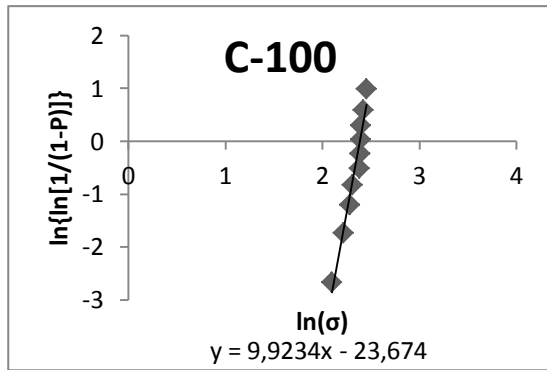
A plotagem gráfica segue de mesmo modo que foi feita para a temperatura anterior, obtendo-se a equação da reta para cada composição (Figura 4.16):



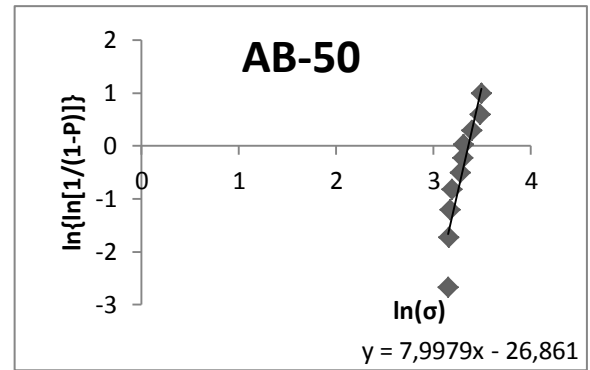
(a)



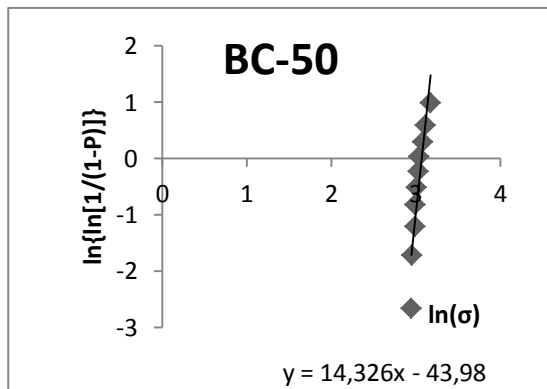
(b)



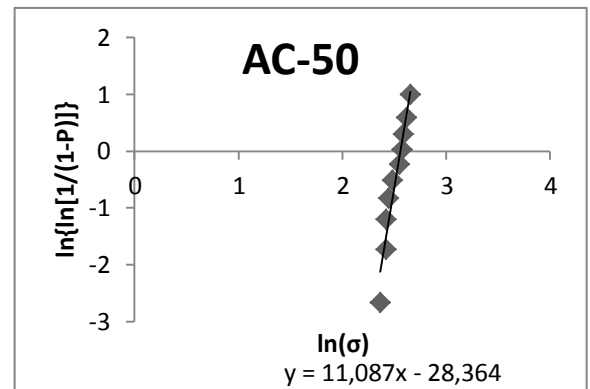
(c)



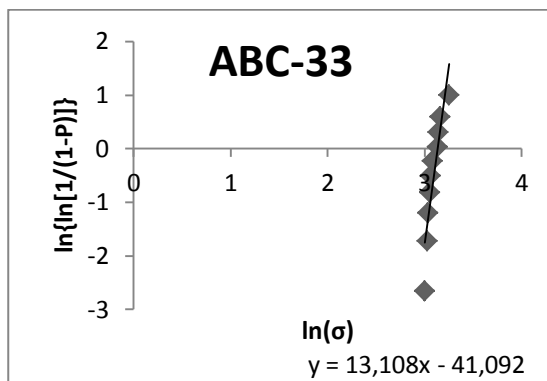
(d)



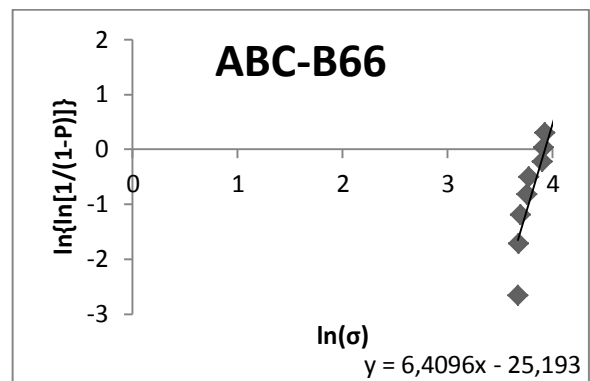
(e)



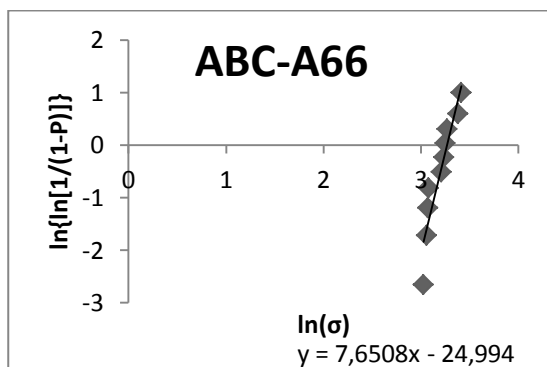
(f)



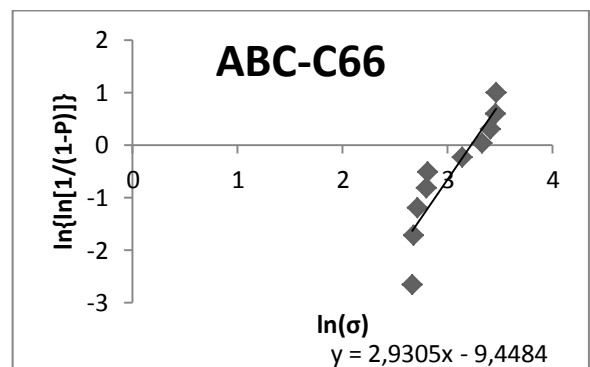
(g)



(h)



(i)



(j)

Figura 4.16 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura de 700°C

Os resultados para a temperatura de 700°C, demonstram que as misturas BC-50(m=14,33), ABC-33(m=13,12) e AC-50(11,01) apresentam o lote mais homogêneo em seus resultados. A mistura ABC-C66 com módulo de Weibull igual a aproximadamente 3, teve o pior resultado na repetição de seus resultados.

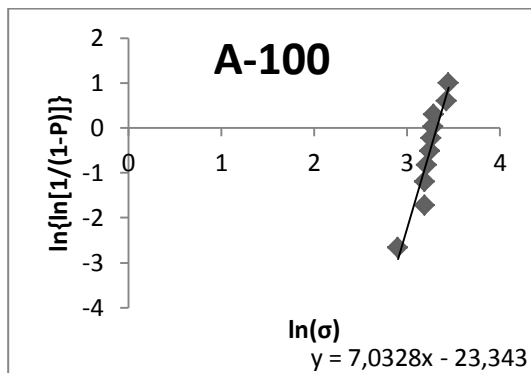
- **Temperatura de queima de 900°C**

O resultado da resistência à flexão de três pontos obtidos a partir do ensaio de flexão de três pontos, para a temperatura de 900°C é apresentado na Tabela 4.7 a seguir:

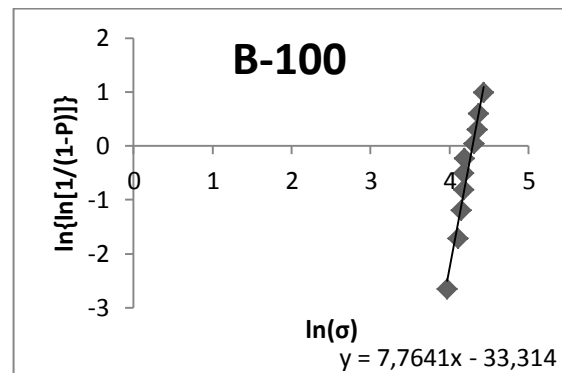
Tabela 4.7 - Tensão de ruptura à flexão dos 10 corpos de prova queimados à 900°C

POSIÇÃO	TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO (kgf/cm ²)									
	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
1	18,24	52,89	13,35	38,56	13,05	16,91	24,85	28,16	45,06	29,79
2	24,25	60,87	14,24	38,76	16,72	17,06	26,56	30,80	50,60	31,93
3	24,30	63,39	14,87	39,07	17,88	17,10	27,33	32,53	51,70	34,79
4	24,78	65,26	15,39	41,04	18,83	18,64	27,65	32,86	51,94	36,89
5	25,72	65,50	15,40	41,05	22,50	18,79	27,99	37,46	53,38	41,61
6	26,13	66,07	16,25	42,11	24,45	19,11	28,23	38,13	60,55	46,18
7	26,60	74,32	16,38	44,98	24,61	19,27	28,62	45,09	79,45	47,27
8	26,81	77,39	16,71	48,70	26,26	19,44	29,23	45,20	87,45	47,67
9	30,77	78,88	16,91	49,69	26,76	19,45	30,76	46,52	99,84	48,49
10	31,43	84,08	18,98	50,42	26,91	19,52	31,39	48,94	106,06	48,72

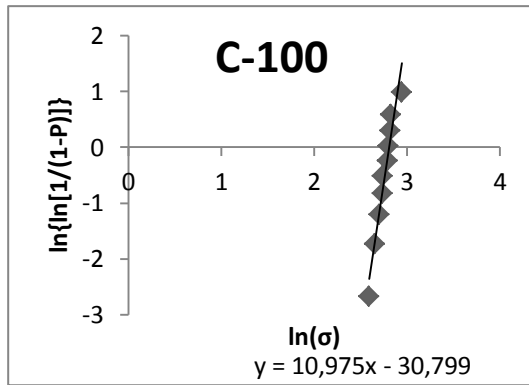
Os gráficos com a equação reta para cada mistura é apresentado a seguir:



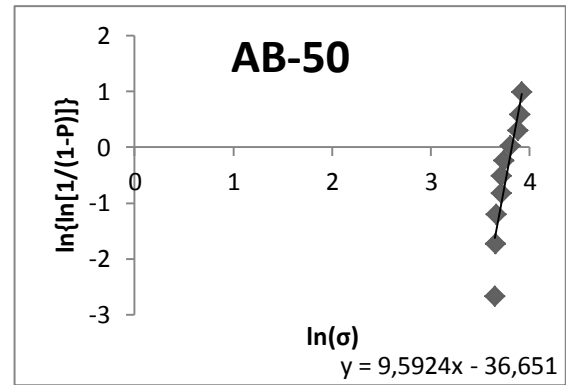
(a)



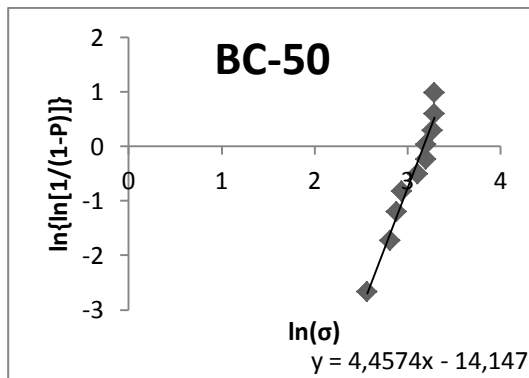
(b)



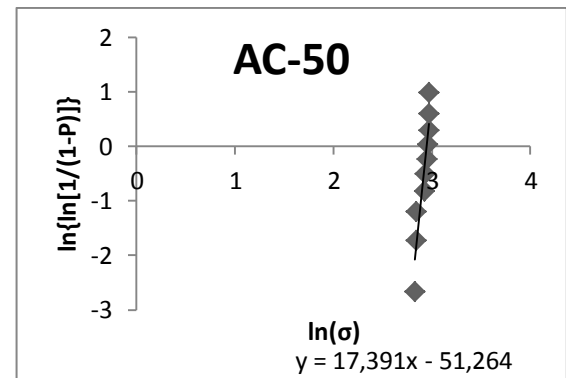
(c)



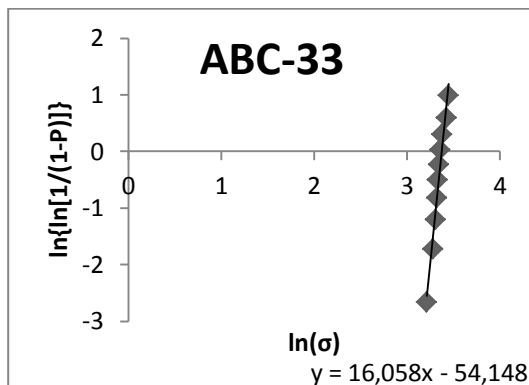
(d)



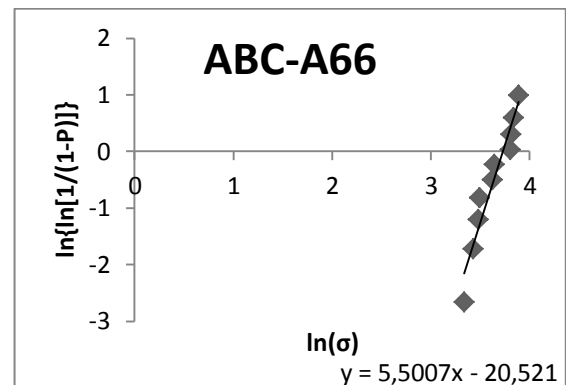
(e)



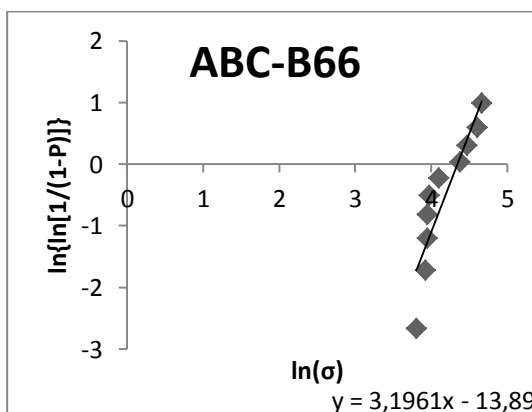
(f)



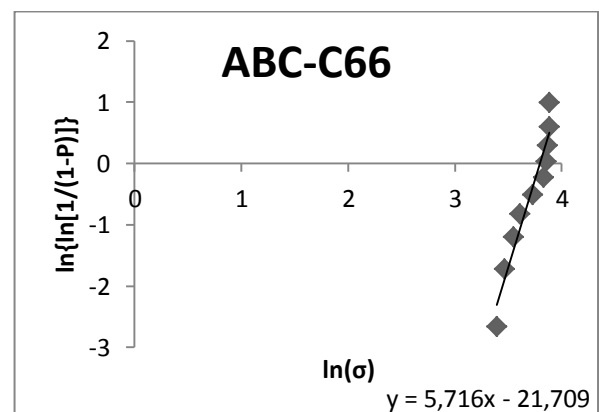
(g)



(h)



(i)



(j)

Figura 4.17 - Plotagem gráfica Weibull dos solos na temperatura de 900°C

Os resultados para a temperatura de 900°C demonstram que as misturas AC-50, ABC-33 e C-50, com m igual a 17,39, 16,06 e 10,97 respectivamente, apresentaram os melhores resultados. De modo contrário ABC-B66 apresenta o pior resultado tendo o valor de m igual a 3,20.

A Tabela 4.8 apresenta um resumo em torno dos módulos de Weibull obtidos para as misturas trabalhadas em laboratório. Pode-se observar que o aumento da temperatura tem uma influência positiva na grande maioria dos solos. Isto pode ser explicado nas mudanças que ocorrem nos minerais devido ao aumento de temperatura.

Tabela 4.8 - Resumo dos módulos de Weibull para todas composições

Temp.	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
500°C	3,6	4,06	5,37	6,1	14,4	7,35	13,74	5,43	9,43	4,69
700°C	7,03	6,1	9,92	7,99	14,33	11,09	13,11	7,65	6,41	2,93
900°C	7,03	7,76	10,97	9,59	4,46	17,39	16,06	5,5	3,2	5,72

4.7.2 – Rede Simplex

A seguir os resultados observados para tensão de ruptura à flexão serão apresentados os resultados observados e previstos pela Rede Simplex para as temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C.

4.7.2.1 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 500°C

Para efeito de cálculo, os valores médios a serem considerados para rede simplex, nos três modelos, foram os valores que giram em torno da posição seis da tabela de probabilidade de falha, que segundo teoria gira em torno de 63,21%, que seria a tensão característica da cerâmica.

A Tabela 4.9 a seguir apresenta os valores utilizados no cálculo da tensão média observada:

Tabela 4.9 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura 500°C

Tensão de Ruptura (MPa)									
A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
1,24	2,59	1,51	2,69	2,73	1,94	2,63	3,65	5,01	3,01
1,29	2,62	1,67	2,78	2,74	2,02	2,72	3,67	5,05	3,42
1,33	2,92	1,70	2,96	2,88	2,02	2,74	4,59	5,13	3,65
Média									
1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,7	3,97	5,06	3,36

MODELO LINEAR

Para avaliação do modelo linear são previstos, pelo menos, três pontos experimentais, conforme mostrado na matriz componente, Tabela 4.10.

Tabela 4.10 - Matriz composição linear

Pontos	Componentes		
	x ₁	x ₂	x ₃
y ₁	1	0	0
y ₂	0	1	0
y ₃	0	0	1

Para cada ponto são realizadas três repetições, de forma a obter uma maior representatividade de seus resultados. A Figura 4.18 apresenta a superfície de resposta do modelo linear e sua respectiva equação que é obtida através de manipulações matriciais (CORNELL, 1990).

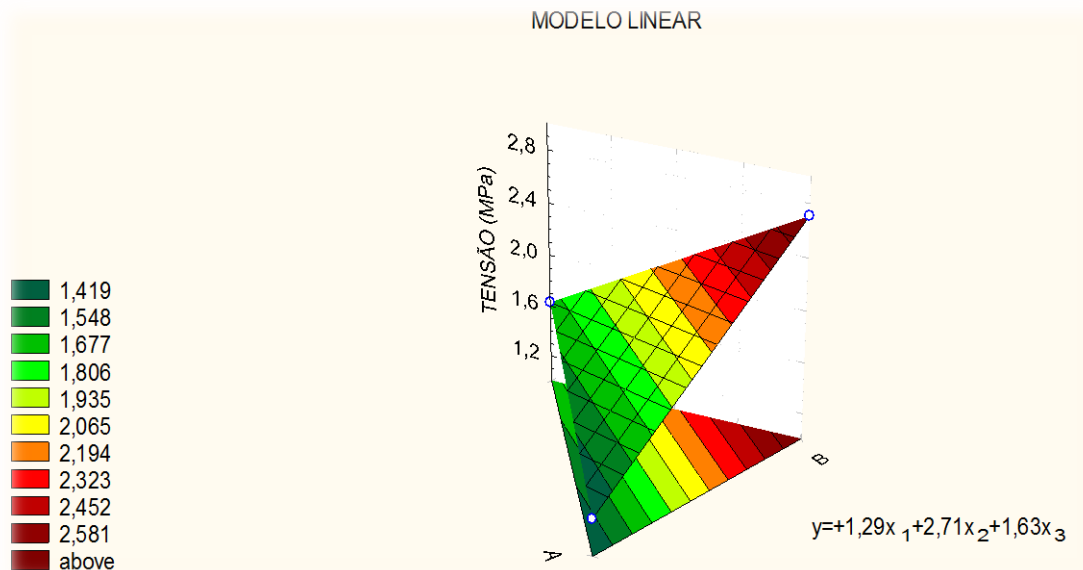


Figura 4.18 - Superfície resposta para o modelo linear à 500°C

Admitindo-se que os erros podem se distribuir normalmente, empregou-se então a distribuição de Student para testar a significância dos parâmetros (b_i 's) do modelo ao nível de 95% de confiança (CORNELL, 1990). A Tabela 4.11 mostra que os parâmetros do modelo linear pertencem aos intervalos de confiança, portanto

sendo eles significativos, pois os limites de intervalo de confiança têm sinais iguais, ou seja, não há evidências de que algum parâmetro seja igual à zero.

Tabela 4.11 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo à 500°C

	Parâmetro do Modelo	Intervalo de Confiança de 95%	
b₁	1,29	1,11	1,46
b₂	2,71	2,54	2,88
b₃	1,63	1,45	1,80

A Tabela 4.12 apresenta os resultados dos valores observados (y) nos ensaios e os preditos (\hat{y}) pelo modelo linear.

Tabela 4.12 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 500°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,29	2,71	1,63	2	2,17	1,46	1,88	1,58	2,29	1,75
y	1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,7	3,97	5,06	3,36

Considerando a evidente diferença entre os valores obtidos como resposta do modelo linear e os valores obtidos de forma experimental, foi realizada posteriormente a análise estatística por meio do método dos mínimos quadrados ou análise de variância (ANOVA), considerando os dez pontos experimentais, com três repetições para cada ponto do espaço simplex. A Tabela 4.13 lista os resultados obtidos.

Tabela 4.13 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	7,39	2	3,69
Resíduos	26,96	27	1,00
F. ajuste	26,01	7	3,72
Erro puro	0,95	20	0,05
Total	34,35	29	1,18

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 21,51\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 97,23\%$

O modelo apresentou um ajuste de 21,51% (R^2), podendo ser considerado baixo para aceitação do modelo, pois o modelo poderia explicar 97,23%. Desse modo o modelo foi descartado e em virtude do baixo ajuste para o modelo linear, não foi aplicado o critério Fischer.

MODELO QUADRÁTICO

Da mesma forma que no modelo anterior, segue a análise para o modelo quadrático. A Figura 4.19 apresenta a superfície resposta para os valores das tensões observadas por meio do ensaio de tensão à ruptura de flexão em três pontos.

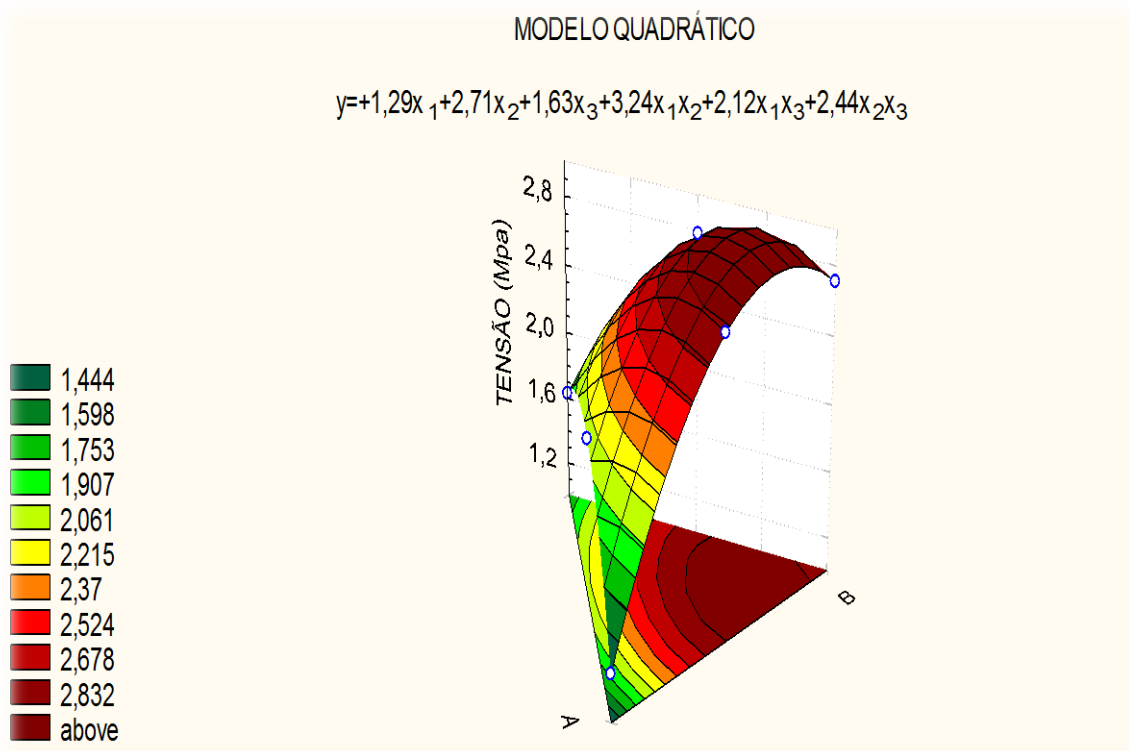


Figura 4.19 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 500°C

A Tabela 4.14 mostra que os parâmetros do modelo quadrático pertencem aos intervalos de confiança, portanto sendo significativos, pois os limites de intervalo de confiança têm sinais iguais, ou seja, não há evidências de que algum parâmetro seja igual a zero.

Tabela 4.14 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 500°C

Parâmetro do Modelo		Intervalo de Confiança de 95%	
b_1	1,29	1,15	1,43
b_2	2,71	2,57	2,85
b_3	1,63	1,49	1,77
b_{12}	3,25	2,56	3,93
b_{13}	2,15	1,46	2,83
b_{23}	2,46	1,78	3,14

A Figura 4.20 comprova a significância dos parâmetros do modelo quadrático. Os valores apresentados ao lado de cada retângulo referem-se ao teste t, de forma que os efeitos que se encontram depois da linha $p=0,05$ de probabilidade são significativos.

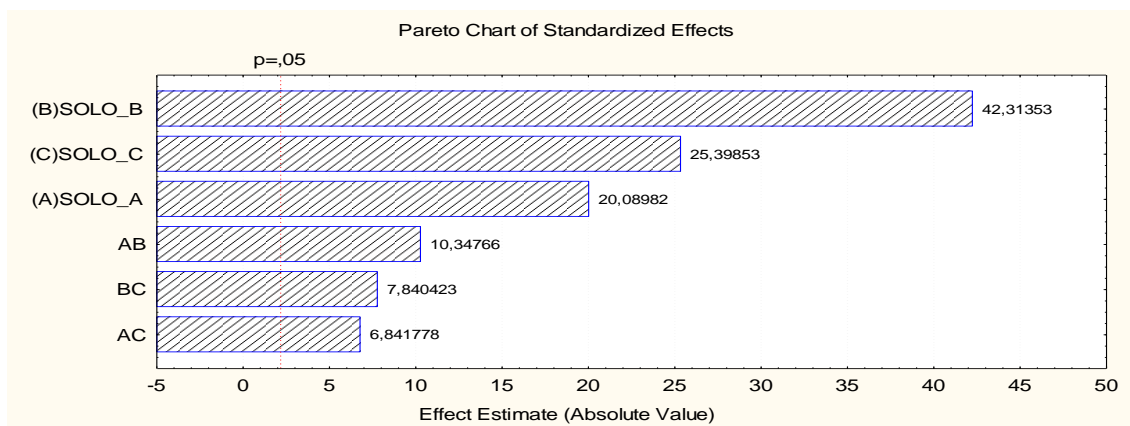


Figura 4.20 - Diagrama de Pareto para o teste t à 500°C

A seguir é apresentada a Tabela 4.15 com os valores observados e valores previstos pelo modelo quadrático:

Tabela 4.15 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 500°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,74	2,25	2,98	2,35
y	1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,7	3,97	5,06	3,36

Assim como no modelo anterior, o modelo quadrático também apresenta uma diferença entre os resultados obtidos por meio experimental e os obtidos por

predição. Sendo assim, parte-se para a análise através do método dos mínimos quadrados, e seus resultados são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	17,57	5	3,51
Resíduos	16,77	24	0,70
F. ajuste	15,82	4	3,96
Erro puro	0,95	20	0,05
Total	34,35	29	1,18

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 51,10\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 97,23\%$

O modelo quadrático em relação ao modelo linear apresentou um aumento na porcentagem explicada para 51,10%, valor ainda baixo para aplicabilidade de Fischer.

MODELO CÚBICO

A modelagem cúbica considera além dos pontos usados nos modelos anteriores, o ponto central do espaço simplex, logo teremos:

Tabela 4.17 - Matriz composição cúbica

Pontos	Componentes		
	X ₁	X ₂	X ₃
b₁	1,00	0,00	0,00
b₂	0,00	1,00	0,00
b₃	0,00	0,00	1,00
b₁₂	0,50	0,50	0,00
b₁₃	0,50	0,00	0,50
b₂₃	0,00	0,50	0,50
b₁₂₃	0,33	0,33	0,33

A figura 4.21 apresenta a superfície resposta para o modelo cúbico especial.

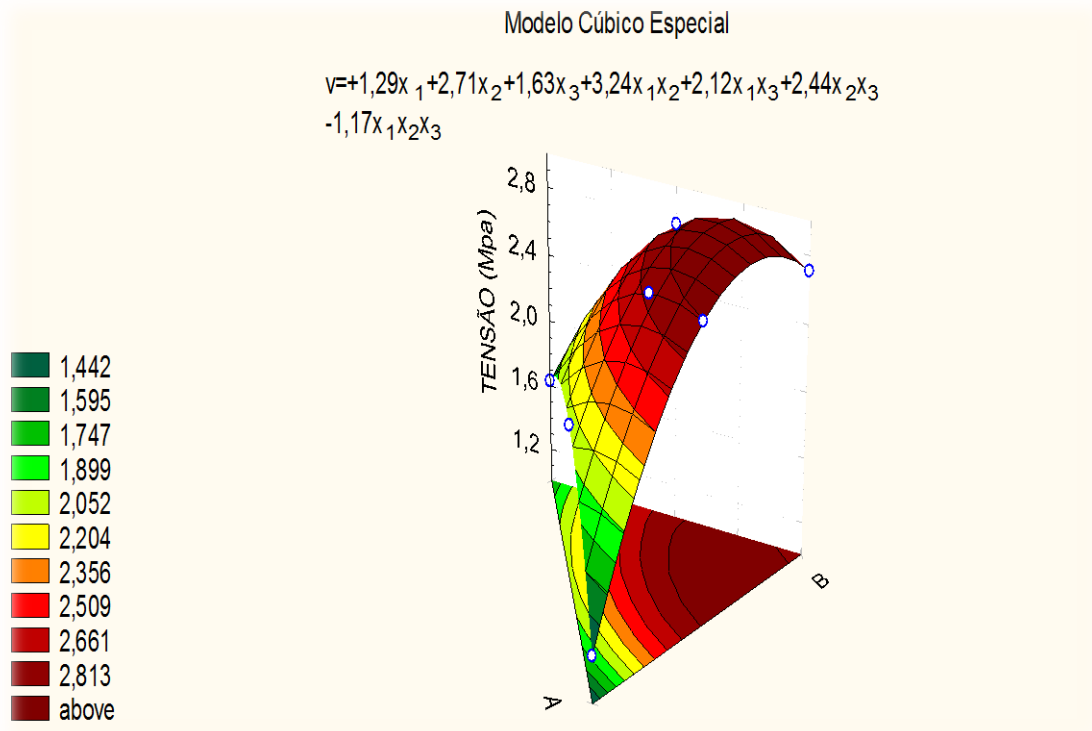


Figura 4.21 - Superfície resposta para o modelo cúbico especial à 500°C

A Tabela 4.18 mostra que o parâmetro b_{123} , que representa a interação dos três componentes, não é consistente. Conforme a análise da significância dos parâmetros verificou-se que o termo b_{123} não é significativo ao nível de 95% de probabilidade, e com isso deve ser retirado do modelo em análise.

Tabela 4.18 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico especial à 500°C

Parâmetro do Modelo		Intervalo de Confiança de 95%	
b_1	1,29	1,16	1,42
b_2	2,71	2,58	2,84
b_3	1,63	1,50	1,76
b_{12}	3,25	2,61	3,88
b_{13}	2,12	1,51	2,78
b_{23}	2,44	1,82	3,10
b_{123}	-1,17	-5,84	3,12

O diagrama de Pareto, Figura 4.22, comprova tal fato evidenciado no parágrafo anterior para a mistura ABC (b_{123}).

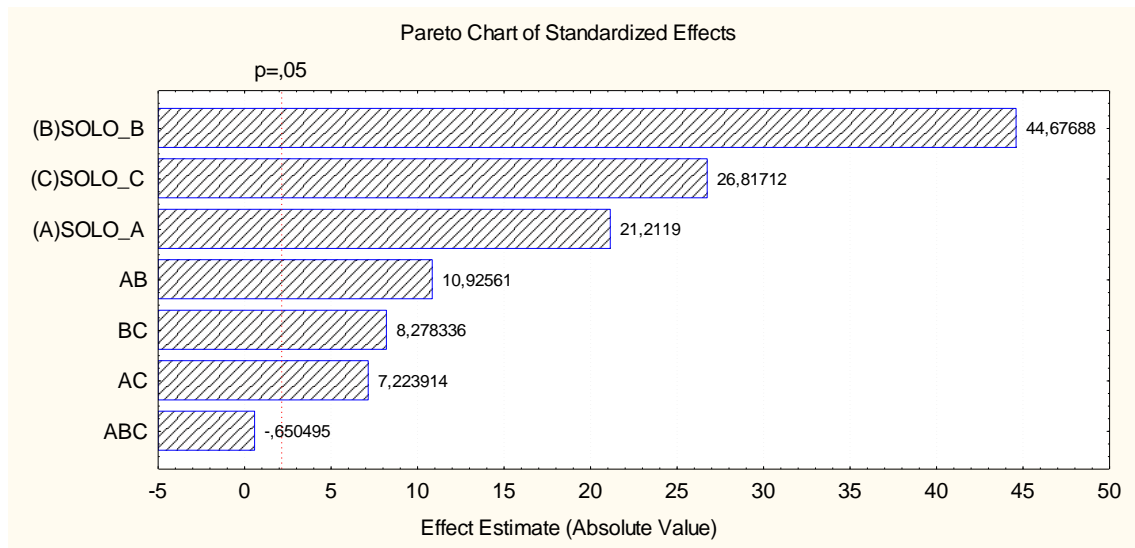


Figura 4.22 - Diagrama de Pareto para o test t à 500°C

A seguir é apresentada a Tabela 4.19 com os valores observados e valores previstos pelo modelo quadrático:

Tabela 4.19 - Tensão observada e resposta do modelo cubico especial à 500°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,7	2,24	2,96	2,33
y	1,29	2,71	1,63	2,81	2,78	1,99	2,7	3,97	5,06	3,36

A Tabela 4.20 de análise estatística de variância, ANOVA, é dada a seguir para o presente modelo:

Tabela 4.20 - Quadro Anova para a temperatura de 500°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	7,39	2	3,69
Resíduos	26,96	27	1,00
F. ajuste	26,01	7	3,72
Erro puro	0,95	20	0,05
Total	34,35	29	1,18

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 56,25\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 97,23\%$

Conclui-se que pouco mudou do modelo quadrático para o modelo cúbico especial. Embora os resultados para a avaliação explicada estar baixa, isso pode ser explicado pela alta variabilidade das peças cerâmicas.

4.7.2.2 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 700°C

Do mesmo modo seguiu-se para o cálculo dos valores médios utilizados para alimentar a Rede Simplex. A Tabela 4.21 apresenta os valores utilizados:

Tabela 4.21 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura de 700°C

Tensão de Ruptura (MPa)									
A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
1,98	4,03	1,09	2,71	2,07	1,28	2,17	2,54	4,95	2,30
1,98	4,11	1,10	2,74	2,08	1,31	2,30	2,58	5,02	2,79
2,02	4,16	1,10	2,98	2,19	1,33	2,32	2,62	5,08	3,02
Média Observada									
1,99	4,10	1,10	2,81	2,12	1,31	2,27	2,58	5,02	2,71

MODELO LINEAR

A superfície de resposta do modelo e a sua respectiva equação são apresentados na Figura 4.23.

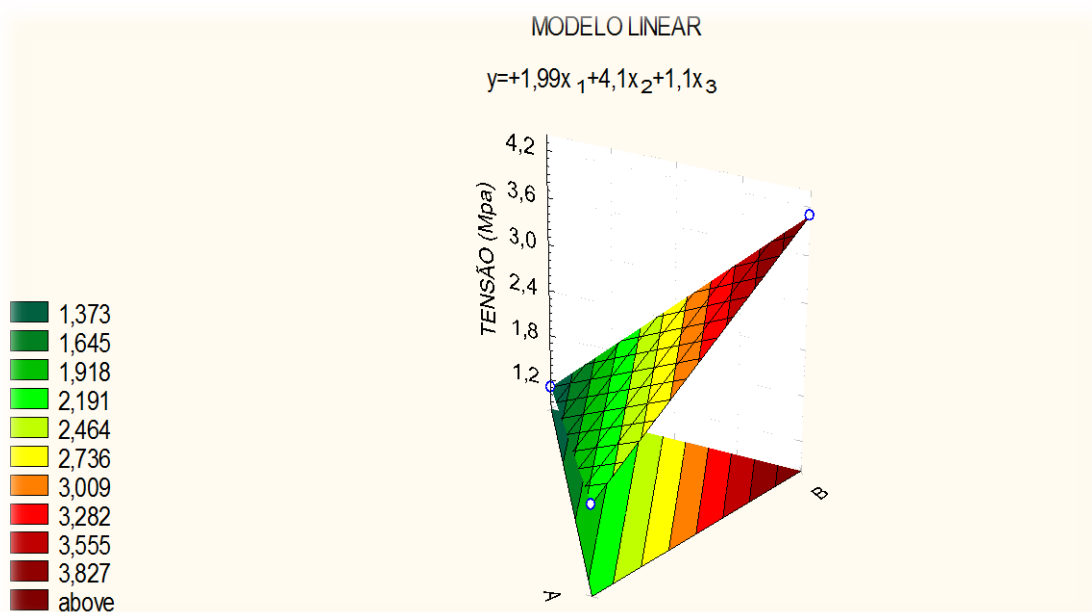


Figura 4.23 - Superfície resposta para o modelo linear à 700°C

Nota-se que os resultados apresentados para os parâmetros de confiança na Tabela 4.22 estão dentro do intervalo de confiança de 95%, portanto significativos, pois os limites de intervalo de confiança têm sinais iguais, ou seja, não há evidências estatísticas de que exista algum parâmetro seja igual à zero.

Tabela 4.22 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico especial à 700°C

Parâmetro do Modelo	Intervalos de Confiança de 95%		
b₁	1,99	1,94	2,05
b₂	4,10	4,04	4,16
b₃	1,10	1,04	1,15

Os resultados para o teste t à nível de $p=0,05$ comprova a significância dos parâmetros encontrados para o modelo linear, sendo evidenciado através do digrama de Pareto na Figura 4.24.

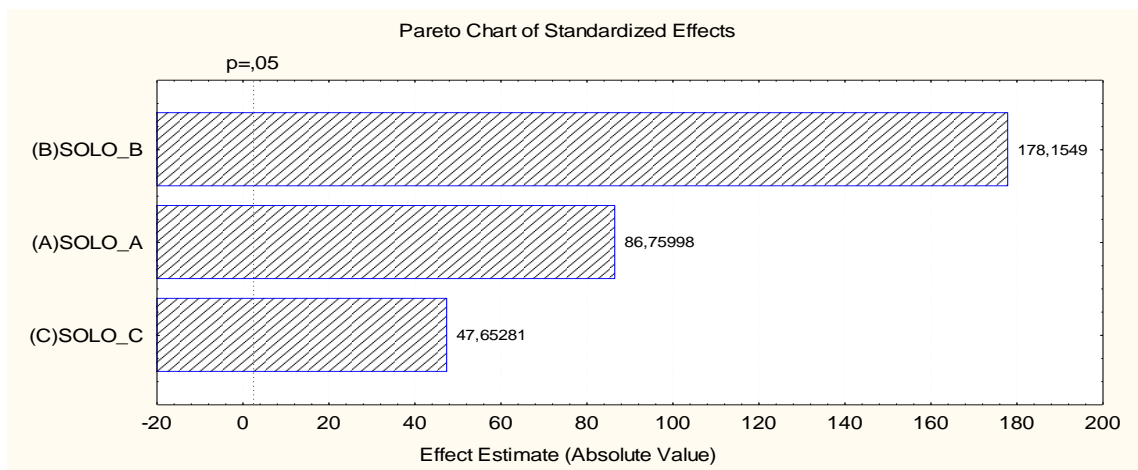


Figura 4.24 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C

A seguir é apresentada uma Tabela 4.23 com os valores observados e valores previstos pelo modelo quadrático:

Tabela 4.23 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 700°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,99	4,1	1,1	3,05	2,6	1,55	2,4	2,2	3,25	1,75
y	1,99	4,1	1,1	2,81	2,12	1,31	2,27	2,58	5,02	2,71

A análise pelo critério de variância segue-se através da tabela Anova e seus resultados são apresentados na Tabela 4.24.

Tabela 4.24 - Quadro Anova modelo linear para a temperatura de 700°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	26,30	2	13,15
Resíduos	12,47	27	0,46
F. ajuste	12,12	7	1,73
Erro puro	0,35	20	0,02
Total	38,77	29	1,34

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 67,8\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 99\%$

O modelo apresentou um ajuste de 67,8% (R^2), sendo considerado um bom ajuste modelo, pois o modelo poderia explicar 99%. Portanto, o modelo pode ser considerado.

Aplicando a probabilidade de Fisher para 95%, tem-se $F_{2,27}=3,35$.

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} > 5 \cdot F_{2,27}$$

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} = 28,59 > 16,77$$

De acordo com o resultado apresentado, segundo o critério Fisher, o modelo em questão obteve uma regressão significativa, tornando sua utilização possível.

MODELO QUADRÁTICO

A superfície de resposta do modelo e a sua respectiva equação são apresentados na Figura 4.25.

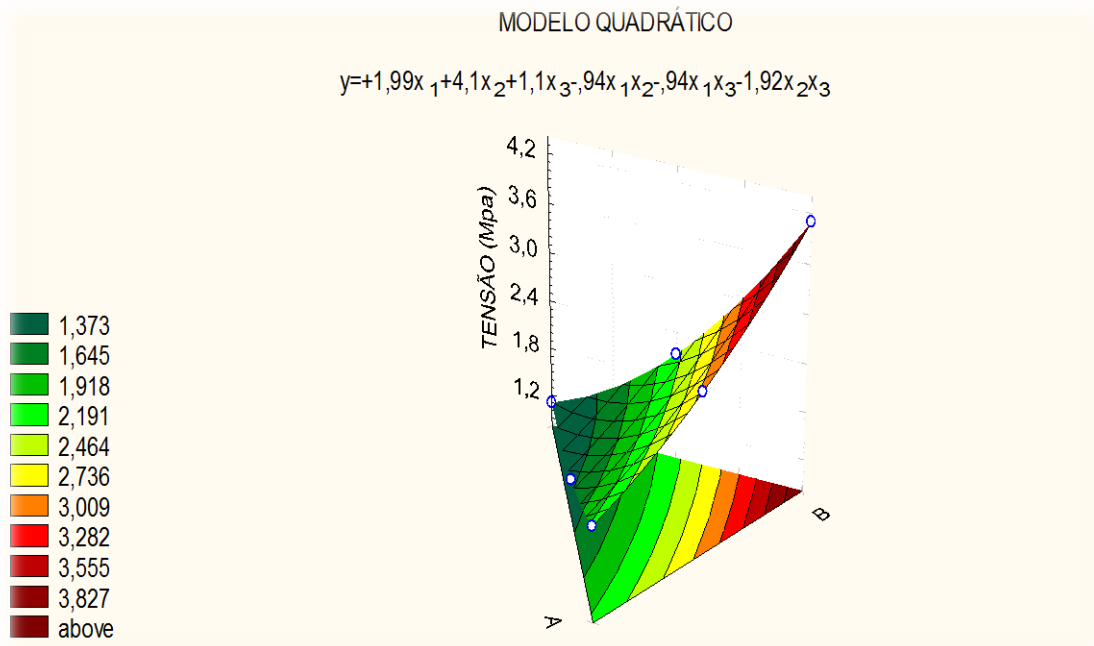


Figura 4.25 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 700°C

Os resultados apresentados na Tabela 4.25 indicam que os parâmetros possuem sinais iguais, portando, dentro dos limites apresentados. Logo, os resultados são significativos.

Tabela 4.25 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 700°C

Parâmetro do Modelo	Intervalos de Confiança de 95%		
	Estimado	Limite Inferior	Limite Superior
b₁	1,99	1,90	2,09
b₂	4,10	4,01	4,19
b₃	1,10	1,00	1,19
b₁₂	-0,94	-1,39	-0,47
b₁₃	-0,94	-1,42	-0,50
b₂₃	-1,92	-2,39	-1,47

O diagrama de Pareto, Figura 4.26, confirma os resultados do parágrafo anterior.

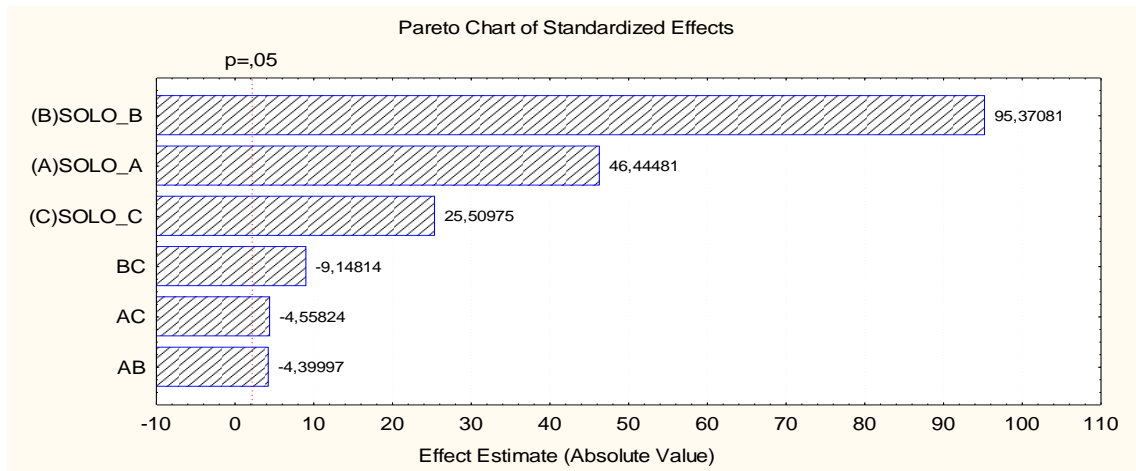


Figura 4.26 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C

Os resultados previstos pelo modelo quadrático, Tabela 4.26, em relação ao observado, y , evidenciam a aleatoriedade dos resultados. Tal dispersão nos resultados é avaliada pela Análise de Variância e seus resultados são apresentados na Tabela 4.27.

Tabela 4.26 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 700°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,99	4,10	1,10	2,81	2,12	1,31	1,97	1,93	2,9	1,4
y	1,99	4,10	1,10	2,81	2,12	1,31	2,27	2,58	5,02	2,71

Tabela 4.27 - Quadro Anova modelo quadrático para a temperatura de 700°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	26,64	5	5,33
Resíduos	12,13	24	0,51
F. ajuste	11,77	4	2,94
Erro puro	0,35	20	0,02
Total	38,77	29	1,34

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 69\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 99\%$

O ajuste apresentado pelo modelo é de 69% (R^2), o que representa um bom ajuste modelo quadrático para o solo queimado à 700°C, pois o modelo poderia explicar 99% e a alta variabilidade já verificada nos resultados para composições formuladas a parti da matéria-prima argila. Aplicando-se o critério de Fisher temos para $F_{5,24}=13,10$:

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} > 5 \cdot F_{5,24}$$

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} = 10,41 > 13,10$$

Logo, temos que o modelo não apresentou uma regressão significativa, não sendo aconselhado, portanto sua utilização.

MODELO CÚBICO

A superfície de resposta do modelo e a sua respectiva equação são apresentados na Figura 4.27.

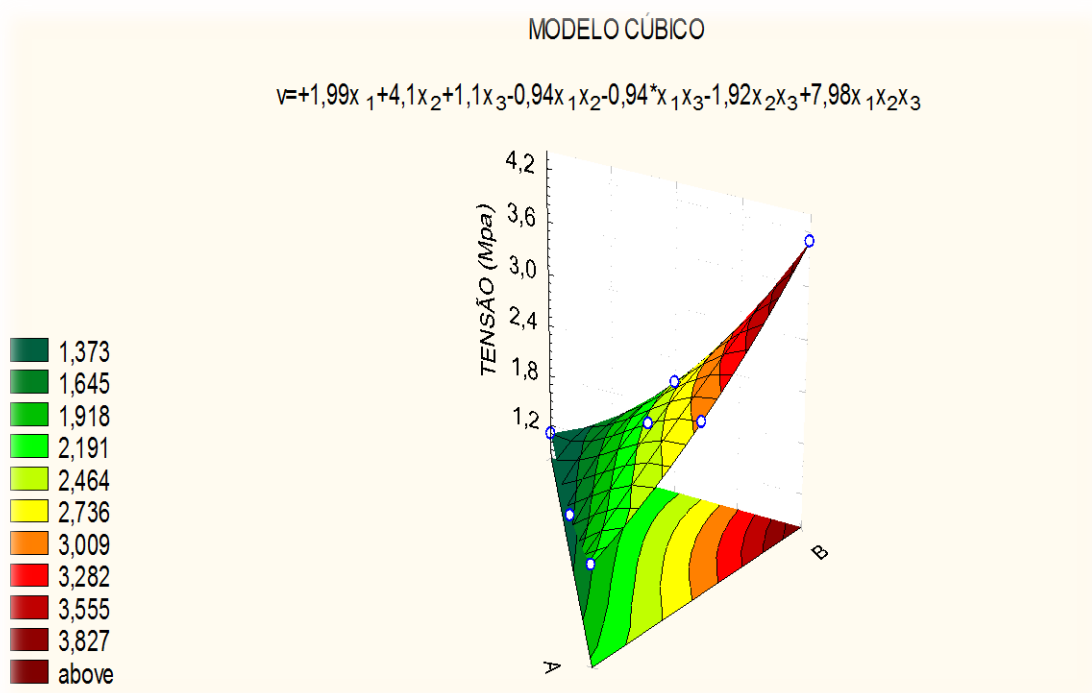


Figura 4.27 - Superfície resposta para o modelo cúbico à 700°C

Os resultados apresentados na Tabela 4.28 evidenciam que os resultados são significativos para a modelagem cúbica à 700°C.

Tabela 4.28 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico à 700°C

Parâmetro do Modelo		Intervalos de Confiança de 95%	
b₁	1,99	1,90	2,09
b₂	4,10	4,01	4,19
b₃	1,10	1,00	1,19
b₁₂	-0,94	-1,38	-0,47
b₁₃	-0,94	-1,41	-0,51
b₂₃	-1,92	-2,38	-1,47
b₁₂₃	7,98	4,71	11,09

Os resultados observados na Tabela 4.28 são confirmados por meio de Pareto e o resultado da análise é apresentado na Figura 4.28.

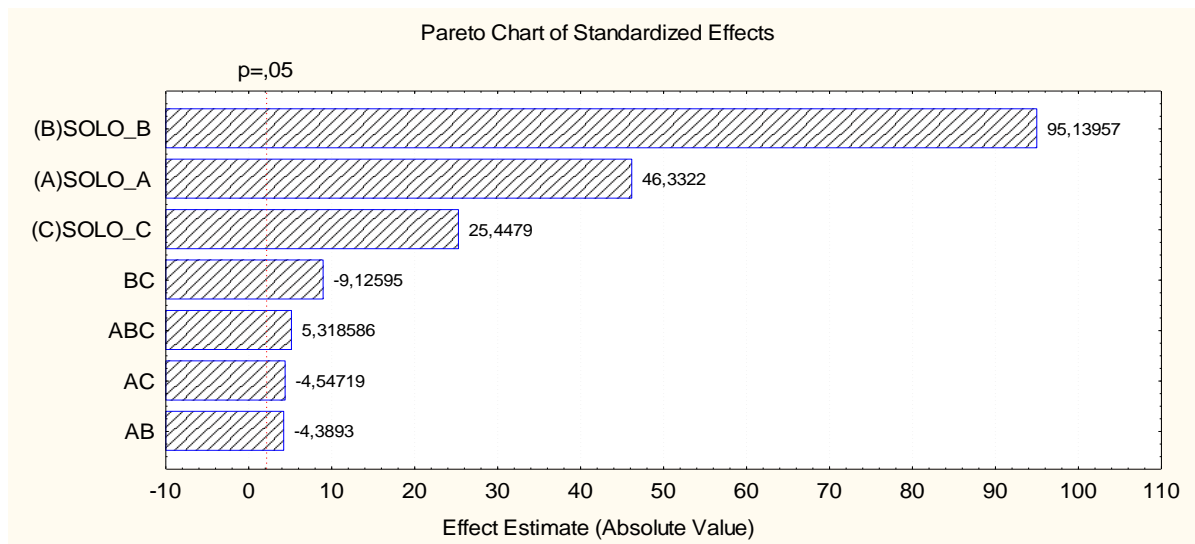


Figura 4.28 - Diagrama de pareto para o test t à 700°C, modelo cúbico

Os resultados previstos pelo modelo cúbico são apresentados na Tabela 4.29. Já os resultados para da análise estatística, ANOVA, é mostrada na Tabela 4.30.

Tabela 4.29 - Tensão observada e resposta do modelo cúbico à 700°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	1,99	4,10	1,10	2,81	2,12	1,31	2,27	2,09	3,05	1,56
y	1,99	4,10	1,10	2,81	2,12	1,31	2,27	2,58	5,02	2,71

Tabela 4.30 - Quadro Anova modelo cúbico para a temperatura de 700°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	28,79	6	4,80
Resíduos	9,98	23	0,43
F. ajuste	9,63	3	3,21
Erro puro	0,35	20	0,02
Total	38,77	29	1,34

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 74\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 99\%$

Com um ajuste de 74% o modelo apresentou um bom ajuste, principalmente se comparado aos modelos que foram elaborados para a temperatura de 700°C. Aplicando-se o critério de Fisher temos para $F_{6,23}=12,64$:

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} > 5 \cdot F_{5,24}$$

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} = 11,16 > 12,64$$

Pelo critério de Fisher tal modelo deveria ser desconsiderado. Entretanto, por se tratar de materiais de origem natural e a metodologia Simplex por ser um método empírico na predição dos seus resultados, tal resultado não deve ser determinante na exclusão do modelo. Para ALEXANDRE (2000), tal decisão deve ser tomada levando-se em conta o grau de dificuldade encontrado para obtenção dos parâmetros de resposta do modelo e da precisão que o modelo pode alcançar, comparando a outros modelos de regressão.

4.7.2.3 – Análise da Composição Quanto à Temperatura 900°C

A Tabela 4.31 apresenta os valores médios das tensões de ruptura à flexão à uma temperatura de queima de 900°C.

Tabela 4.31 - Tensão de Ruptura utilizado para a temperatura de 900°C

Tensão de Ruptura (MPa)									
A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
2,62	6,61	1,63	4,22	2,45	1,92	2,83	3,82	6,06	4,62
2,66	7,44	1,64	4,50	2,47	1,93	2,87	4,51	7,95	4,73
2,69	7,74	1,68	4,87	2,63	1,95	2,93	4,52	8,75	4,77
Média Observada									
2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,88	4,29	7,59	4,71

MODELO LINEAR

A superfície de resposta do modelo e a sua respectiva equação são apresentados na Figura 4.29.

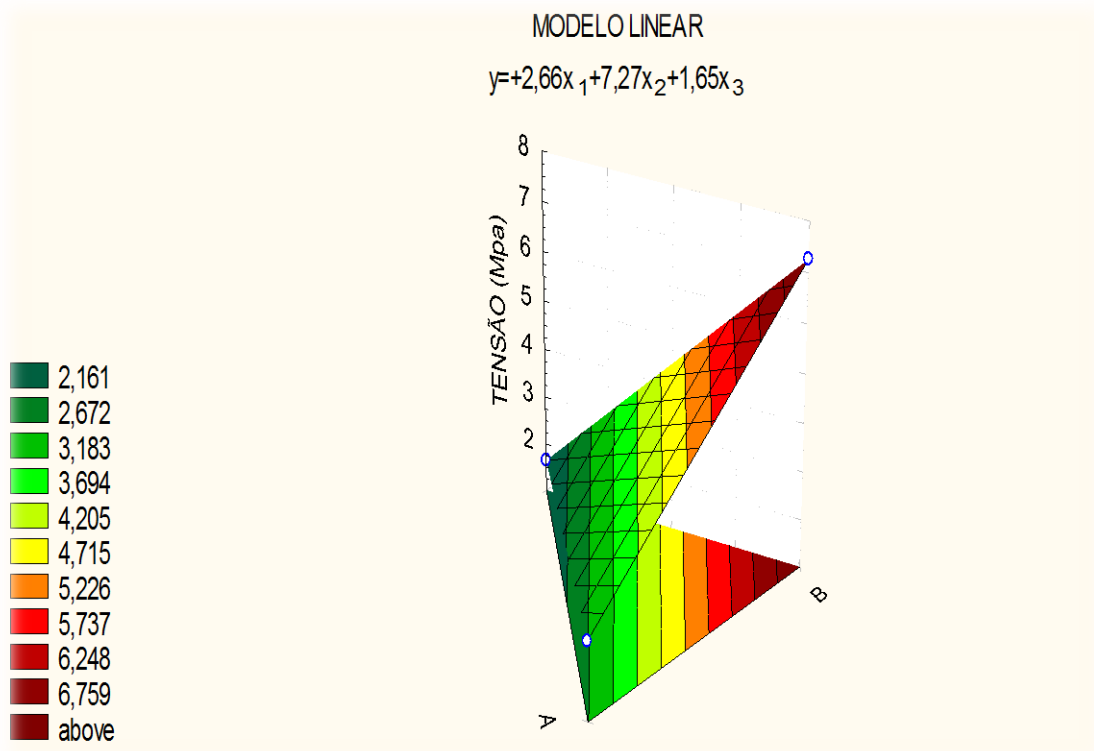


Figura 4.29 - Superfície resposta para o modelo linear à 900°C

A análise dos resultados, Tabela 4.32, no intervalo de 95% de confiança, demonstram que os resultados são significativos. Na Figura 4.30 os resultados são confirmados por meio de Pareto.

Tabela 4.32 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo linear à 900°C

Parâmetro do Modelo		Intervalo de Confiança de 95%	
b₁	2,66	2,18	3,14
b₂	7,27	6,78	7,74
b₃	1,65	1,17	2,13

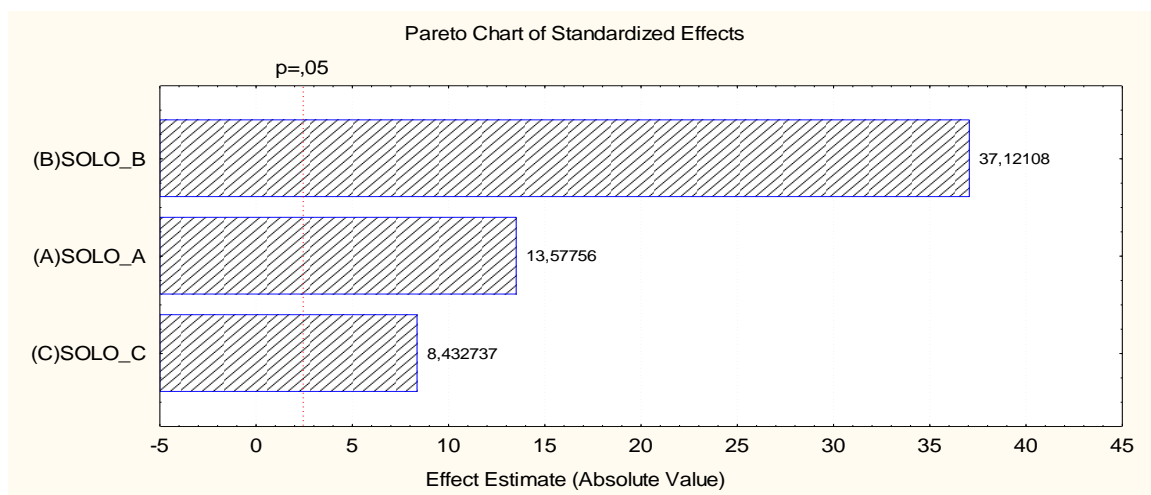


Figura 4.30 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo linear

A seguir na Tabela 4.33 são apresentados os resultados observados com os previstos, \hat{y} , pelo modelo linear. A respectiva análise estatística, por meio da Análise de Variância – Anova é apresentada na Tabela 4.34.

Tabela 4.33 - Tensão observada e resposta do modelo linear à 900°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	2,66	7,27	1,65	4,96	4,46	2,16	3,86	3,26	5,57	2,76
y	2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,88	4,29	7,59	4,71

Tabela 4.34 - Quadro Anova modelo cúbico para a temperatura de 700°C

	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática
Regressão	77,27	2	38,63
Resíduos	46,11	27	1,71
F. ajuste	41,04	7	5,86
Erro puro	5,08	20	0,25
Total	123,38	29	4,25

% de variação explicada: $SQ_R/SQ_T = 62,6\%$

% máxima de variação explicável: $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T = 95\%$

Nota-se que o modelo apresentou como variação explicável, o valor de aproximadamente 63%. Aplicando-se o critério de Fisher temos para $F_{2,27} = 16,77$:

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} > 5 \cdot F_{2,27}$$

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} = 22,59 > 16,77$$

O modelo linear apresentou uma regressão significativa, não havendo conseqüentemente restrição quanto a sua utilização.

MODELO QUADRÁTICO

A superfície de resposta do modelo e a sua respectiva equação são apresentados na Figura 4.31.

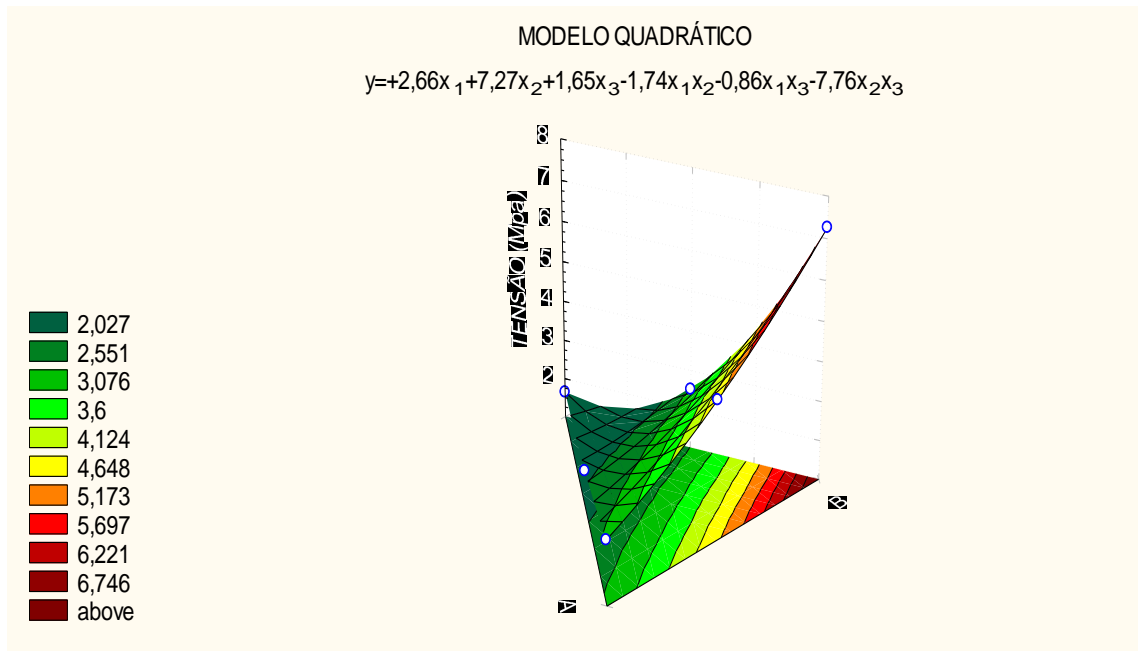


Figura 4.31 - Superfície resposta para o modelo quadrático à 900°C

A análise dos resultados da Tabela 4.35 dá indicativos que existem 95% de chance que um dos valores para o parâmetro b_{13} seja igual à zero, tornando assim a equação não confiável, pois todos os parâmetros tendem a influenciar diretamente nos resultados previstos para a tensão de ruptura à flexão.

Tabela 4.35 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo quadrático à 900°C

	Parâmetro do		Intervalo de	
	Modelo		Confiança de 95%	
b_1	2,66	2,31	3,01	
b_2	7,27	6,91	7,61	
b_3	1,65	1,30	2,00	
b_{12}	-1,74	-3,43	-0,01	
b_{13}	-0,86	-2,59	0,83	
b_{23}	-7,76	-9,47	-6,05	

O diagrama de Pareto, Figura 4.32, confirma que o parâmetro b_{13} é um parâmetro não significativo.

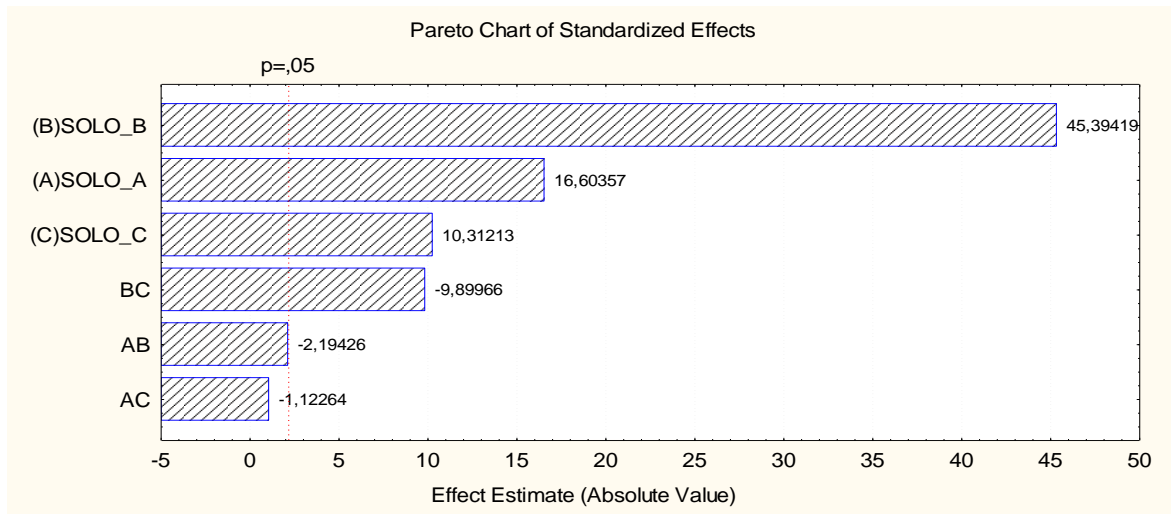


Figura 4.32 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo quadrático

A Tabela 4.36 apresenta os resultados observados e os previstos no modelo quadrático. Nota-se que em comparação ao modelo anterior, os resultados previstos estão piores, em especial os três últimos resultados, reforçando o fato de não se encontrarem dentro dos 95% do intervalo de confiança. Portanto a utilização desse modelo é desaconselhada.

Tabela 4.36 - Tensão observada e resposta do modelo quadrático à 900°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
y	2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,71	2,76	4,49	1,75
\hat{y}	2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,88	4,29	7,59	4,71

MODELO CÚBICO

Para a modelagem cúbica ocorreu o mesmo que na modelagem quadrática (visto anteriormente), tendo seus resultados não significativos na análise de Student (Tabela 4.37) e Pareto (Figura 4.33). Como não há evidências estatísticas de que a interação entre os componentes b_{13} e b_{123} , sejam consistentes, o modelo cúbico não deverá ser usado para os presentes solos, deste trabalho, quando à 900°C. Isso

pode ocorrer devido a mudanças de fase nos argilominerais (ALEXANDRE, 2000). Logo não foram realizadas as análises de Fisher e ANOVA.

Tabela 4.37 - Intervalo de confiança 95% dos parâmetros do modelo cúbico à 900°C

Parâmetro do Modelo	Intervalo de Confiança de 95%		
b₁	2,66	2,34	2,98
b₂	7,26	6,94	7,58
b₃	1,65	1,33	1,97
b₁₂	-1,72	-3,28	-0,16
b₁₃	-0,88	-2,44	0,68
b₂₃	-7,76	-9,32	-6,20
b₁₂₃	4,62	-6,36	15,60

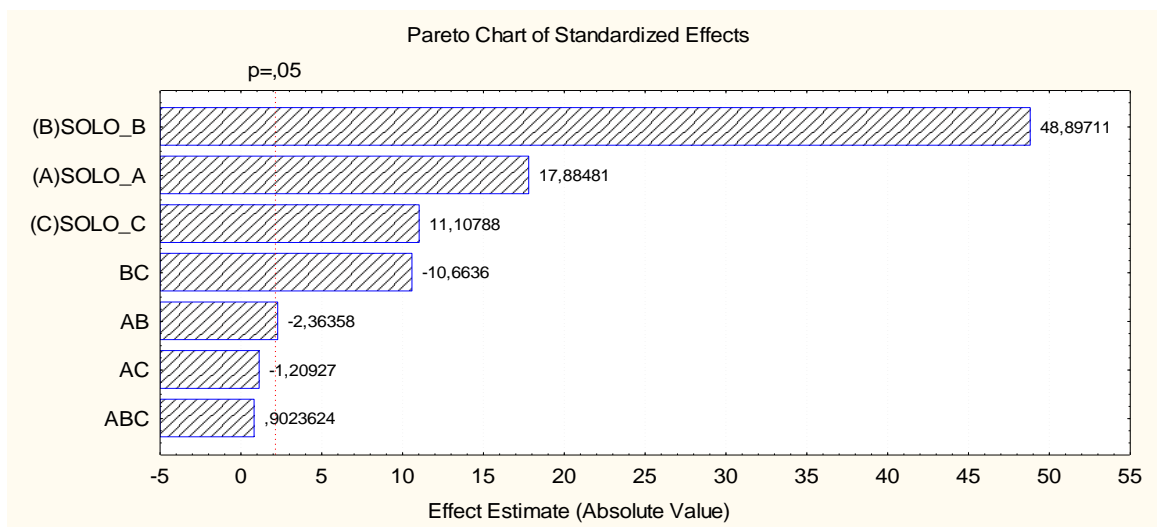


Figura 4.33 - Diagrama de pareto para o test t à 900°C, modelo cúbico

A superfície resposta é mostrada a seguir na Figura 4.34.

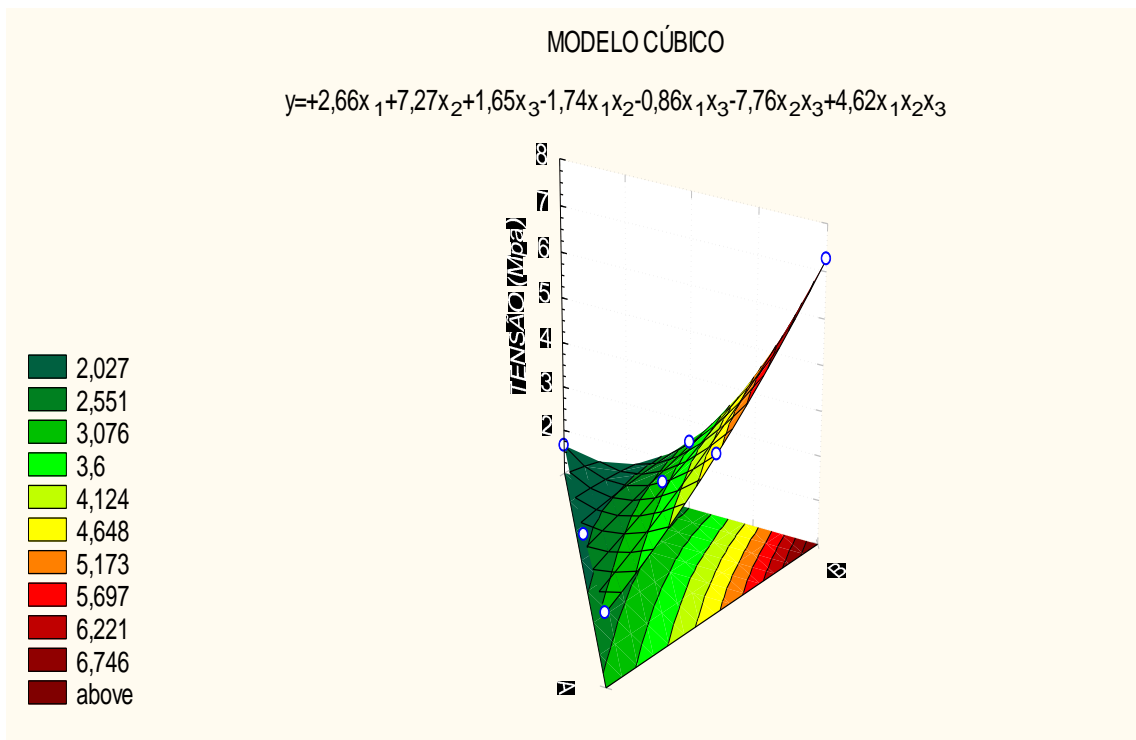


Figura 4.34 - Superfície resposta para o modelo cúbico à 900°C

Assim como no modelo anterior, os resultados não foram satisfatórios, principalmente se comparado ao modelo linear que se aproxima bastante dos resultados observado nos ensaios de ruptura à flexão de três pontos. Os resultados previstos são apresentados na Tabela 4.38.

Tabela 4.38 - Tensão observada e resposta do modelo cúbico à 900°C

	A-100	B-100	C-100	AB-50	BC-50	AC-50	ABC-33	ABC-A66	ABC-B66	ABC-C66
\hat{y}	2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,88	2,84	4,57	1,83
y	2,66	7,27	1,65	4,53	2,52	1,94	2,88	4,29	7,59	4,71

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES

Este trabalho teve como objetivo principal analisar a mistura de solos por meio de Weibull e da Rede Simplex, bem como a caracterização dos solos utilizados neste trabalho. Tudo isso visando um meio de melhorar o aproveitamento do uso da principal matéria-prima, a argila, para a indústria ceramista.

O solo B é o solo que contém o maior teor de argila com cerca de 80% e o menor teor de finos, seguidos dos solos C e A, com respectivamente 56% e 46%. As frações silte e areia (grossa) são praticamente iguais, no entanto o solo A destaca-se com alto teor de areia fina. A granulometria dos solos A e C se encontram dentro da faixa recomendada para a fração argila (30 a 70%), porém muito embora o solo B apesar de apresentar uma fração 10% acima do recomendado, ele ainda atende aos critérios necessários para a fabricação de tijolos.

A argila é classificada como uma argila inorgânica de alta plasticidade (CH).

Os principais elementos químicos encontrados na análise química foram o SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 . Tais elementos indicaram a presença dos argilominerais encontrados como a Caulinita, Gibsita e mica, que foram posteriormente identificados por meio do ensaio de raios-X.

A variação linear como notado em outras pesquisas, acompanha a variação da temperatura, tendo no máximo de 4% para a temperatura de 900°C, variação que pode ser considerada baixa. Para a absorção de água o solo C se manteve abaixo dos 25%, do contrário do solo B que ficou acima. Portanto isso não teve influência na resistência, sendo o solo B o que obteve os melhores resultados para a tensão de ruptura à flexão.

A massa específica dos solos ficou entre 2,25 g/cm³ e 2,65 g/cm³, estando dentro dos padrões encontrados na bacia de Campos/RJ, bem como sua classificação com relação à plasticidade, argila inorgânica de alta plasticidade.

As análises por difração de raios-X, complementadas por meio de análises químicas, identificaram em todas as amostras o argilomineral caulinita.

Da distribuição Weibull, fica evidenciado que o aumento da temperatura favoreceu o aumento da confiabilidade do material, módulo m, obtendo-se assim os

melhores resultados para solos queimados à 900°C, porém não tão diferentes dos solos queimados à 700°C, mas certamente evidenciado a melhora quando se comparado à 500°C. Isso se reflete na variação explicável dos resultados do Simplex, onde nota-se que os melhores resultados são para os solos queimados justamente nessas temperaturas.

Por se tratar de um material de origem geológica de composição mineralógica e química variada, e que ainda sofre influência direta das condições de queima, como por exemplo, regulagem correta do forno, condições de moldagem do corpo-de-prova entre outras incógnitas podem influenciar diretamente no resultado, a escolha do modelo deve estar intimamente ligada à dificuldade em gerar dados suficientes que alimente o modelo escolhido. Partindo-se desse pressuposto dos modelos analisados, entende-se que o modelo quadrático para a temperatura de 700°C é o modelo mais indicado para esse caso.

Conclui-se então que as matérias-primas estudadas podem ser usadas, e que a Rede Simplex pode auxiliar na mistura para que os solos possam alcançar determinadas propriedades de qualidade que o mercado exige. A técnica de Weibull ajudou na previsão, mostrando que os solos queimados a 700°C e a 900°C são os melhores em termos de repetição de resultados para a tensão de ruptura à flexão e o simplex vem a consolidar que a queima à 700°C e o que o modelo quadrático seria a melhor opção para o presente trabalho, embora não ter um R^2 elevado, mas pode ser levado em conta por ser uma matéria-prima de origem natural.

CAPÍTULO 6 - SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Uma sugestão para trabalho futuro está no estudo mais aprofundado do módulo de Weibull e a sua influência direta nos resultados apresentados na Rede Simplex, com o intuito de se assimilar o módulo, m , de Weibull à máxima variação explicada obtida a partir do quadro ANOVA.

CAPÍTULO 7 - BIBLIOGRAFIA UTILIZADA

ABCERAM - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. Disponível em: <<http://www.aberam.org.br>>. Acesso em: 20 de fevereiro de 2011.

ALBERS, A. P. F., MELCHIADES, F. G., MACHADO, R., BALDO, J. B., BOSHI, A. O. (2002). Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raio-X. **Cerâmica** 48 (305), Jan/Fev/Mar.

ALEXANDRE, J. (1997). **Caracterização das argilas do município de Campos dos Goytacazes para utilização em cerâmica vermelha**. Dissertação de mestrado em Ciências da Engenharia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ. 164 p.

ALEXANDRE, J.(2000). **Análise de matéria-prima e composições de massa utilizada em cerâmicas vermelhas**. Tese de Doutorado em Ciências da Engenharia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ. 174 p.

ALEXANDRE, TOLEDO, R., SABOYA F., PEREIRA (2001). Utilização de planejamento em rede simplex na previsão de propriedades de peças vermelhas. **Anais: 47º Congresso brasileiro de cerâmica**, João Pessoa – PB. 303 p.

ALEXANDRE, JONAS, XAVIER, G. C., MANHÃES, A. L. F. (2004). Incorporação da cal na massa de conformação de cerâmica vermelha. **Anais: 48º Congresso brasileiro de cerâmica**, Florianópolis – SC. 12 p.

ALMEIDA, F. F. (2012). **Avaliação dos procedimentos convencionais e não-convencionais de laboratório para determinação do comportamento mecânico e de durabilidade de materiais cerâmicos**. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ. 105 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (2006). ASTM C 373. **Standard test method for water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired whiteware products.**

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS (2006). ASTM C 674. **Standard test methods for flexural properties of ceramic whiteware materials.**

AMORÓS, J. L., SÁNCHEZ, E., CANTAVELLA, V., MONZÓ, M., TIMELLINI, G., BRINDLEY, C. (2000). Propriedades mecânicas de lossoportes cerâmicos crusos. **Qualicer**, p.59 – 75.

ANFACER – ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS FABRICANTES DE CERÂMICA PARA REVESTIMENTOS. Disponível em: <[http:// www. anfacer.org.br](http://www.anfacer.org.br)>. Acesso em: 25 de janeiro de 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 7180. **Solo – Determinação do Limite de Plasticidade.** Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 15270-1 (2005). **Componentes cerâmicos Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação — Terminologia e requisitos.** Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 15270-2 (2005). **Componentes cerâmicos Parte 2: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural – Terminologia e requisitos.** Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 15270-3 (2005). **Componentes cerâmicos Parte 3: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e de vedação – Métodos de ensaio.** Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1983). ABNT NBR 6461. **Bloco Cerâmico para Alvenaria – Verificação da resistência à compressão.** Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1984). ABNT NBR 6549.
Determinação do Limite de Liquidez. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1984). ABNT NBR 7181.
Solo – Análise Granulométrica Conjunta. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1995). ABNT NBR 6502.
Rochas e Solos. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1997). ABNT NBR 13.818.
Placas Cerâmicas para Revestimentos: especificações e métodos de ensaios. Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2005). ABNT NBR 15.310.
Componentes Cerâmicos - Telhas – Terminologia, Requisitos e Métodos de Ensaio. Rio de Janeiro.

AZEVEDO, J. C. (2004). **Avaliação microestrutural de cerâmicas vermelhas.** **Dissertação de mestrado em engenharia metalúrgica,** Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais – MG. 117 p.

BARBA, A. et al. (2002). **Materiais primas para lafabricación de suportes de baldosas cerámicas.** 2ed. Castellón, Espanha: Instituto de Tecnologia Cerámica – ITC/CAICE; Castaneda. 292p.

BARSOUM, M.V. (1997). **Fundamentals ofceramics.** McGraw-Hill.

BATISTA, V. R., NASCIMENTO, J. J. S., LIMA, A. G. B. (2008.). Secagem e queima de tijolos cerâmicos maciços e vazados incluindo variações dimensionais e danos estruturais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.3.1, p.46 – 61.

- BITENCOURT, E.R. (2004). **Utilização de matéria-prima alternativa na fabricação de tijolos de argila vermelha e branca**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville - SC. 50 p.
- CAMPOS, et al. (2007). Planejamento experimental no estudo da maximização do teor de resíduos em blocos e revestimentos cerâmicos. **Cerâmica (53)**,373-380p.
- CAVALCANTE, D. G. L., SANTANA, L. N. L., LIMA, S. J. G., NEVES, G. A., LIRA, H. L. (2006). Identificação de mulita através da caracterização microestrutural de composições formados pela sinterização de resíduo de caulim, ballclay e alumina. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu – PR, 11 p.
- CORNELL, J. A., (1990). Experiments with mixtures: designs, models and analysis of mixture data. 2 ed. New York: John Wiley and sons.
- CORREIA, et al. (2004). Uso de técnicas de planejamento experimental e programação não linear para otimização de massas cerâmicas triaxiais. *Revista Matéria*, v. 9, n. 4, pp. 271 – 279.
- DAVANZO, E. P., PIANARO, S. A., VIEIRA, V., OBERMEIER, H. (2004). **Produção de tijolos pelo processo de auto-queima**. Ponta grossa – PR.
- DUTRA, R. P. S., ARAÚJO, P. A. S., VARELA, M. L., NASCIMENTO, R. M., GOMES, U. U., PASKOCIMAS, C. A. (2006). Propriedades tecnológicas de materiais cerâmicos de base argilosos conformados por extrusão e submetidos a diferentes ciclos de queima. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu – PR. 14 p.
- FACINCANI, E. (1992). **Tecnologia cerâmica: i laterizi**. 2.ed. Itália: Faenza, 1992.

- GRIM, R. E. (1968). **Clay Mineralogy**. 2nd ed, McGraw Hill – New York.
- GRUN, E. (2007). **Caracterização de argilas provenientes de Canelinha/SC e estudo de formulações de massas cerâmicas**. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil, Universidade do Estado de Santa Catarina. 74p.
- GRUN, E. DENARDI, C. C., CORREIA, S. L., FOLGUERAS, M. V. (2005). Definição de parâmetros para a formulação de misturas de argila vermelha. Anais: **49º Congresso Brasileiro de Cerâmica**. São Pedro – SP.
- GRUN, E. DENARDI, C. D., CORREIA, S. L., FOLGUERAS, M. V. (2005). Definição de parâmetros para a formulação de misturas de argila vermelha. Anais: **49º Congresso Brasileiro de Cerâmica**. São Pedro–SP.
- INDI – INSTITUTO DE DESENVOLVIMENTO INTEGRADO DE MINAS GERAIS. Disponível em: <www.indi.mg.gov.br>. Acesso em: 10 de janeiro de 2011.
- JORGE, M. Z. (2007). **Moldagem de forma quase final de infra-estrutura cerâmica**. Tese de doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro. 162 p.
- LEHMKUHL, W. A. (2004). **Análise numérica e experimental de um secador contínuo tipo túnel utilizado na indústria de cerâmica vermelha**. Dissertação de mestrado em engenharia de especialidade ciências térmicas, Universidade Federal de Santa Catarina. 129 p.
- LIMA, R. H. C. (2009). **Controle da mistura: Argilas aluvionares do pólo cerâmico de Russas-Ceará**. Tese de doutoramento em Geologia Regional, Universidade Estadual Paulista. 118 p.
- MACEDO, R. M. P. R. (2007). Aplicação da metodologia de planejamento de experimentos para formulação de massas cerâmicas para telhas. Tese de

doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 117 p.

MÁS, E. (2002). Qualidade e tecnologia em cerâmica vermelha. Criciúma. **PóloProduções Ltda.** V. 3.

MATSUO, Y., KIMURA, S. (1987). **Statistical Evaluation for Strength Data of Engineering Ceramics.** Ceram. Soc. Jpn., Int. ed. 95, pp. 400 – 409.

MECHIADES, F. G., QUINTEIRO, E., BOSCHI, A. O. (1996). A curva de Gressificação Parte 1. **Cerâmica Industrial** - Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, Agosto/Dezembro.

MEDEIROS, E. N. M. (2010). *Incorporação de cinza de lenha, lodo de estação de tratamento de água e cinza de casca de arroz em massa cerâmica. Utilização da técnica de planejamento.* **Cerâmica**, vol. 5, 399-404 p.

MELLO, M. M. (2006). **Formulação e caracterização de massas grês porcelanato preparadas a partir de matérias-primas naturais do Rio Grande do Norte e com adição de chamote de telhas.** Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual do Rio Grande do Norte. 137 p.

MOORE, D. M., REYNOLDS JR., R. C. (1997). **X-Ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals.** 2. ed. New York – Oxford University Press, 378 p.

MURTA, R. L. L. (2009). O primeiro mapa geológico do Estado de Minas Gerais: Octavio Barbosa e Djalma Guimarães. **3º Simpósio Luso-Brasileiro de Cartografia Histórica**, Ouro Preto – MG.

NETO, E. T., NETO, A. A. T. (2009). Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. **Química Nova.** Vol. 32, No. 3, 809-817.

- OLIVEIRA, F. E. M. (2011). **Acompanhamento da produção industrial em cerâmica da microrregião do Vale do Assu: estudo de caso**. Universidade Federal Rural do Semi-Árido. Monografia para obtenção do título de bacharel em Ciência e Tecnologia. Angicos – RN. 64p.
- PASCHOAL, J. A. A. (2003). **Estudos de parâmetros de qualidade para cerâmica estrutural vermelha**. Dissertação de mestrado em Construção Civil – Universidade Federal de São Carlos. 206 p.
- PEDROTI, L. G. (2007). **Estudo de conformidades em relação à abnt de blocos cerâmicos prensados e queimados**. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. 106 p.
- PINHEIRO, A. S., MELO, M. M., NASCIMENTO, R. M., MARTINELLI, A. E., VIEIRA, F. A. (2006). Avaliação do potencial de matérias-primas do RN para produção de grês porcelanato com queima a gás natural. Anais: **17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu – PR, 11 p.
- RABAHI, R. F., **Análise da resistência de vigas de mármore sintético através da distribuição estatística de Weibull**. Dissertação de mestrado em Ciências Mecânicas – Universidade de Brasília. 55 p.
- RAMOS, I. S., ALEXANDRE, J., ALVES, M. G., VOGEL, V., GANTOS, M. (2008). A indústria cerâmica vermelha de Campos dos Goitacazes e a inclusão social das artesãs da baixada campista através do projeto Caminhos de Barro. **Cerâmica**. Vol. 54, pp 280 – 286.
- REIS, J. P. (2007). **Incorporação de resíduos industriais em massa cerâmica usada na fabricação de tijolos**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina. 86 p.
- RICE, P. M. (2005). **Pottery Analysis**; 9ª edição; Editora The University of Chicago.

- SANTOS, P. S. (1989). **Ciência e Tecnologia de Argilas**; Volume 1 ; 2ªedição; Editora Edgard Blücher LTDA.
- SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIO ÀS MICRO E PEQUENAS EMPRESAS – SEBRAE (2008). Cerâmica Vermelha para Construção (CVPC): Telhas, Tijolos e Tubos – **ESTUDOS DE MERCADO/ESPM**.
- SILVA, J. E. O. (2007). **Desenvolvimento de cerâmica vermelha utilizando rejeitos da construção civil**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 75 p.
- TANAKA, A., RANIERI, M. G. A. (2006). Estudo de argilas para uso em cerâmica vermelha. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu – PR, 10 p.
- TEIXEIRA, R. A., MECHIADES, F. G. (2002). A variação das características das argilas e o processo cerâmico. **Cerâmica Industrial** - Universidade Federal de São Carlos, Maio/Junho.
- VIEIRA, C. M. F. (2005). **Considerações sobre o uso da granulometria como parâmetro de controle de uma argila sedimentar**, Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, Janeiro/Fevereiro.
- VIEIRA, C. M. F., FEITOSA, H. S., MONTEIRO, S. N. (2003). Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através da Curva de Bigot. **Cerâmica Industrial**.
- 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, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ. 285 p.
- XAVIER, G. C. (2006). **Resistência, alterabilidade e durabilidade de peças cerâmicas vermelhas incorporadas com resíduo de granito**. Tese de

Doutorado em Engenharia Civil, Universidade Estadual do Norte Fluminense
Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ. 202 p.