ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO RESÍDUO BORRA DE CAFÉ NAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE UMA MASSA ARGILOSA INDUSTRIAL UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS

KEVIN ALVES VASCONCELLOS

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ

MARÇO – 2018

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO RESÍDUO BORRA DE CAFÉ NAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE UMA MASSA ARGILOSA INDUSTRIAL UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS

KEVIN ALVES VASCONCELLOS

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro como parte das exigências para a obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico e de Materiais.

Orientador: Prof. José Nilson França de Holanda

Coorientadora: Pâmela de Faria Busch

CAMPOS DOS GOYTACAZES

MARÇO – 2018

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO RESÍDUO BORRA DE CAFÉ NAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE UMA MASSA ARGILOSA INDUSTRIAL UTILIZADA NA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS

KEVIN ALVES VASCONCELLOS

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro como parte das exigências para a obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico e de Materiais.

Aprovado em 02 de março de 2018
Banca examinadora:
José Nilson França de Holanda (DSc. UENF/CCT/LAMAV) – Orientador
Pâmela de Faria Busch (MSc. UENF/CCT/LAMAV) – Coorientadora

Nicolle Cabral Coutinho (MSc. UENF/CCT/LAMAV) - Banca

Dedicatória

Agradecimentos

Seguem abaixo em ordem não-hierárquica de relevância as pessoas que diretamente ou indiretamente foram importantes durante a minha formação acadêmica e na minha jornada para a realização e a redação do presente trabalho.

- Agradeço à minha família que sempre me deu todas as condições para que eu tivesse condições de me dedicar exclusivamente aos estudos durante a minha graduação;
- Agradeço ao meu orientador José Nilson França de Holanda que me concedeu
 a honra de ser o seu orientado. Agradeço pela atenção, paciência e
 conhecimento que me ofereceu durante a realização deste trabalho;
- Agradeço à minha coorientadora Pâmela de Faria Busch que me concedeu a honra de ser o seu orientado. Agradeço pela paciência que teve em aguentar as minhas mensagens de Whatsapp solicitando ajudas atrás de ajudas;
- Agradeço à Nicolle Cabral Coutinho por aceitar integrar a banca avaliadora da minha monografia e por me ajudar na realização do ensaio de absorção de água;
- Agradeço à Tarcília Henrique do Amaral Corrêa por aceitar ser membro suplente da banca avaliadora da minha monografia;
- Agradeço à empresa Cerâmica Renascer por ter cedido de forma gratuita a massa argilosa industrial utilizada como matéria-prima no presente trabalho;
- Agradeço aos meus professores da graduação que foram fundamentais para a minha formação de engenheiro;
- Agradeço ao professor Paulo Sérgio Dias da Silva por ter me ajudado a despertar a minha paixão pela Matemática;
- Agradeço ao Professor Geraldo de Oliveira Filho por ter sido de extrema e fundamental importância na minha formação parcial (pois ainda tenho muito melhorar) de matemático que tive paralelamente à minha graduação;
- Agradeço aos meus amigos de classe e, em especial, aos Cavaleiros da UENF, que juntos pudemos fortalecer os nossos cosmos a fim de lutar contra as forças do mal (provas);
- Agradeço à minha namorada Ana Paula de Oliveira Pompílio por ela ser tão especial na minha vida e ter contribuído indiretamente na minha formação;

- Agradeço ao técnico de laboratório Rômulo Leite Loiola por ter me ajudado bastante na realização de alguns experimentos;
- Agradeço aos meus cães Teckinha e Tecko Leão que durante anos alegraram os meus dias e, portanto, tiveram uma importante contribuição na minha formação.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	٧
ÍNDICE DE TABELAS	VIII
RESUMO	X
OBJETIVOS	ΧI
JUSTIFICATIVA	XII
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
2.1: Materiais Cerâmicos	2
2.1.1: Conceituação e Classificação	2
2.1.2: Cerâmica vermelha e sua indústria	2
2.2: Argila	4
2.2.1: Argila: uma visão geral	4
2.2.2: Características das argilas	5
2.3: Tijolo cerâmico e tecnologia de produção	6
2.3.1: Tijolo cerâmico: definição	6
2.3.2: Processo de produção de tijolos cerâmicos	7
2.3.3: Indústria da cerâmica vermelha e a questão ambiental	11
2.4: Café	11
2.4.1: Definição e cenário industrial internacional e nacional	11
2.4.2: Resíduo de café e o meio ambiente	12
2.5 Porosidade e agentes formadores de poros em cerâmica	12

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	14
3.1: Aquisição das matérias-primas	14
3.1.1: Resíduo borra de café	15
3.1.2: Massa argilosa industrial	15
3.2: Beneficiamento e caracterização das matérias-primas	15
3.2.1: Análise química	15
3.2.2: Análise mineralógica	16
3.2.3: Análise termogravimétrica e térmica diferencial	16
3.2.4: Análise granulométrica	16
3.2.5: Análise morfológica	17
3.2.6: Plasticidade	17
3.3: Formulação e preparação das massas cerâmicas	18
3.4: Conformação das peças cerâmicas	19
3.5: Secagem das peças cerâmicas	19
3.5.1: Retração linear de secagem	19
3.6: Queima das peças cerâmicas	20
3.7: Dilatometria	20
3.8: Investigação das propriedades tecnológicas das peças cerâmicas	20
3.8.1: Retração linear de queima	20
3.8.2: Redução mássica de queima	21
3.8.3: Porosidade aparente	21
3.8.4: Densidade bulk	22
3.8.5: Absorção de água	22

3.8.6: Resistência à tração simples	22
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	24
4.1: Caracterização das matérias-primas	24
4.1.1: Caracterização do resíduo borra de café	24
4.1.1.1: Análise química	24
4.1.1.2: Difração de raios X	25
4.1.1.3: Granulometria	26
4.1.1.5: Morfologia do resíduo	27
4.1.1.6: Análise termogravimétrica e térmica diferencial	28
4.1.2: Caracterização da massa argilosa industrial	30
4.1.2.1: Análise química	30
4.1.2.2: Difração de raios X	30
4.1.2.3: Granulometria	31
4.1.2.4: Plasticidade e densidade real dos grãos	33
4.1.2.5: Morfologia do pó da massa argilosa	34
4.2: Aspectos visuais dos corpos cerâmicos após a sinterização	37
4.3: Propriedades técnicas após a secagem	39
4.3.1: Retração linear de secagem	39
4.4: Comportamento de sinterização das massas argilosas	40
4.5: Propriedades técnicas após a queima	41
4.5.1: Redução mássica de queima	41
4.5.2: Retração linear de queima	43
4.5.3: Densidade bulk	46
4.5.4: Absorção de água	48

4.5.5: Porosidade aparente	50
4.5.6: Resistência à tração	52
4.6: Microestrutura	53
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES	56
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	59
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	60
ANEXO	64

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Produtos cerâmicos diversos	3
Figura 2: Produção nacional de cerâmica vermelha em 2008	
Figura 3: Fluxograma da rota de produção de tijolos cerâmicos	7
Figura 4: Homogeneização da mistura.	8
Figura 5: Laminação da massa argilosa.	9
Figura 6: Processo de extrusão e corte.	9
Figura 7: Secagem natural de tijolos cerâmicos.	10
Figura 8: Processo de queima.	10
Figura 9: Fluxograma do procedimento geral realizado neste trabalho	14
Figura 10: Difratograma de raios X do resíduo borra de café	25
Figura 11: Curva de distribuição de tamanho de partículas da amostra de resíduo l de café.	borra 27
Figura 12: Morfologia das partículas do resíduo borra de café (17 vezes)	27
Figura 13: Morfologia das partículas do resíduo borra de café (100 vezes)	28
Figura 14: Curvas ATD – ATG do resíduo borra de café.	29
Figura 15: Difratograma de raios X da massa argilosa	31
Figura 16: Curva de distribuição de tamanho de partículas obtida pela combinação peneiramento e sedimentação da amostra de massa argilosa industrial	ão de 32
Figura 17: Prognóstico de extrusão da massa argilosa industrial	35
Figura 18: Morfologia das partículas da massa argilosa (100 vezes)	35
Figura 19: Morfologia das partículas da massa argilosa (2000 vezes)	36
Figura 20: Corpos cerâmicos após o processo de sinterização	37

Figura 21: Superfície dos corpos de prova que não sofreram incorporação resíduo	de 37
Figura 22: Superfície dos corpos de prova incorporados com 10 % em massa resíduo.	de 37
Figura 23: Retração linear de secagem (%) versus quantidade de resíduo borra café (%).	de 39
Figura 24: Curva de dilatometria dos corpos de cerâmicos incorporados c composições de 0, 5 e 10 % de resíduo borra de café	om 40
Figura 25: Redução mássica de queima (%) versus quantidade de resíduo borra café (%).	de 42
Figura 26: Retração linear de queima (%) versus quantidade de resíduo borra de c (%)	afé 44
Figura 27: Densidade <i>bulk</i> (g.cm ⁻³) versus quantidade de resíduo borra de café ((%) 47
Figura 28: Absorção de água (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%) o peças queimadas.	das 49
Figura 29: Porosidade aparente (%) versus quantidade de resíduo borra de café ((%) 51
Figura 30: Resistência à tração (kPa) versus quantidade de resíduo borra de café ((%) 53
Figura 31: Superfície de fratura do corpo de prova que não sofreu incorporação resíduo borra de café (500 vezes).	de 54
Figura 32: Superfície de fratura do corpo de prova incorporado com 2,5% de resíc borra de café (500 vezes)	duo 54
Figura 33: Superfície de fratura do corpo de prova incorporado com 10% de resíc borra de café (500 vezes).	duo 55
Figura 34: Ficha ICDD-JCPDS 140164 – Caulinita.	64
Figura 35: Ficha ICDD-JCPDS 330018 – Gibsita.	65

Figura 36: Ficha ICDD-JCPDS 010401 – Goethita.	65
Figura 37: Ficha ICDD-JCPDS 260911 – Ilita	66
Figura 38: Ficha ICDD-JCPDS 331161 – Quartzo	66

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Resistência à compressão em relação à categoria	7
Tabela 2: Nomenclatura das massas cerâmicas e os correspondentes teores resíduo borra de café incorporado (% em massa).	de 18
Tabela 3: Massas utilizadas para confecção das Misturas	18
Tabela 4: Composição química normalizada do resíduo borra de café	24
Tabela 5: Distribuição do tamanho de partícula do resíduo borra de café	26
Tabela 6: Composição química da massa argilosa industrial	30
Tabela 7: Distribuição do tamanho de partícula da massa argilosa industrial realiza	ada
por peneiramento fino.	31
Tabela 8: Distribuição do tamanho de partícula da massa argilosa industrial realiza por sedimentação.	ada 32
Tabela 9: Classificação dos solos com base na granulometria	33
Tabela 10: Propriedades físicas da massa argilosa.	33
Tabela 11: Numeração dos corpos cerâmicos e seus respectivos teores de resíduo borra de café.	o de 37
Tabela 12: Valores da retração linear de secagem das peças produzidas em fundamentos	ção
da concentração de resíduo borra de café	39
Tabela 13: Valores da redução mássica de queima das peças produzidas	41
Tabela 14: Comparação entre a redução mássica de queima experimental e a redu mássica de queima estimada.	ıção 43
Tabela 15: Valores da retração linear de queima das peças produzidas em função	o da
concentração de Resíduo borra de café	43
Tabela 16: Comparação entre os valores de retração linear de queima obtidos ne trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak.	este 45

Tabela 17: Valores da densidade <i>bulk</i> das peças produzidas em função	da
concentração de resíduo borra de café	46
Tabela 18: Comparação entre os valores de densidade bulk obtidos neste trabal	ho e
aqueles obtidos por Phonphuak	48
Tabela 19: Valores da absorção de água das peças produzidas em função) da
concentração de resíduo borra de café	48
Tabela 20: Comparação entre os valores da absorção de água obtidos neste trab	alho
e aqueles obtidos por Phonphuak	50
Tabela 21: Valores da porosidade aparente das peças produzidas em função	o da
concentração de resíduo borra de café	50
Tabela 22: Comparação entre os valores da porosidade aparente obtidos n	este
trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak	52
Tabela 23: Valores da resistência à tração das peças produzidas em função) da
concentração de resíduo borra de café	52

RESUMO

No presente trabalho foi estudado o efeito da incorporação de resíduo borra de café sobre as propriedades tecnológicas de uma massa argilosa industrial, visando sua aplicação em cerâmica vermelha, particularmente blocos cerâmicos de vedação. Para este fim foram preparadas cinco massas cerâmicas contendo 0 %, 1,25 %, 2,5 %, 5,0 %, e 10 % em massa de resíduo borra de café em substituição da massa argilosa industrial. O trabalho foi dividido em três etapas: 1) caracterização das matériasprimas; 2) confecção dos corpos cerâmicos; e 3) estudo das propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos produzidos. As matérias-primas foram caracterizadas em termos de análise granulométrica, análise termogravimétrica, análise térmica diferencial, análise química, análise de difração de raios X e análise morfológica. Corpos cerâmicos cilíndricos (25 mm de diâmetro e 8 mm de altura) foram produzidos via processo de prensagem uniaxial com pressão de compactação de 30 Mpa, e depois queimados na temperatura de 950 °C durante 2 h. As seguintes propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos queimados foram determinadas: retração linear, densidade bulk, absorção de água, porosidade aparente e resistência mecânica. A microestrutura foi avaliada via microscopia eletrônica de varredura. O comportamento de sinterização foi avaliado via análise dilatométrica. Os resultados experimentais indicaram que o resíduo borra de café é composto essencialmente de material orgânico. Ele influenciou fortemente as propriedades tecnológicas e a microestrutura sinterizada dos corpos de cerâmica vermelha. O efeito principal incorporação do resíduo de borra de café foi o de aumentar a porosidade dos corpos de cerâmica vermelha de forma que ele atua como agente formador de poro durante o processo de queima dos corpos cerâmicos. Por fim, constatou-se que apenas os corpos cerâmicos incorporados com resíduo borra de café em teores inferiores ou iguais a 2,5 % satisfizeram aos critérios de absorção de água exigidos pela norma ABNT NBR 15270 / 2005.

Palavras chave: Resíduo borra de café, cerâmica vermelha, reciclagem, propriedades.

OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo principal avaliar a possibilidade da incorporação do resíduo borra de café em massa argilosa industrial visando ao seu emprego como agente formador de poros na confecção de tijolos cerâmicos.

Os objetivos específicos são:

- Caracterização das matérias-primas;
- Produção de peças cerâmicas incorporadas com resíduo borra de café em diferentes composições;
- Avaliação do efeito da adição do resíduo borra de café nas propriedades tecnológicas das peças cerâmicas produzidas.

JUSTIFICATIVA

O resíduo borra de café é um resíduo largamente produzido no mundo e, em particular no Brasil, já que segundo dados levantados pela *International Coffee Organization* (ICO, 2017) o Brasil é o 15° maior consumidor de café *per capita* na atualidade. Entretanto, como ainda não existe uma grande conscientização sobre a destinação desse resíduo, o principal fim dado ao mesmo é o encaminhamento para aterros sanitários gerando impactos econômicos no que tange ao transporte do resíduo e impactos ambientais. Essa questão tem chamado a atenção de pesquisadores e estes têm buscado possíveis aplicações para a reutilização desse resíduo de forma econômica e sustentável em prol da sociedade. Neste contexto, o presente trabalho se justifica, uma vez que foi feito o estudo da incorporação desse resíduo em massa argilosa industrial para fabricação de cerâmica vermelha. Esperase que este resíduo aja como elemento formador de poros durante o processo de queima, produzindo uma classe de cerâmica vermelha como, por exemplo, blocos cerâmicos de vedação com boas características de isolação térmica, com razoável grau de porosidade.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O processo de obtenção do café pelo processo de infusão gera um resíduo sólido comumente denominado de borra de café e, considerando o consumo mundial de café, pode-se estimar que sejam produzidas anualmente milhares de toneladas de resíduo borra de café (TOKIMOTO et al., 2005). Segundo a *International Coffee Organization* (ICO, 2017) o Brasil é o maior produtor mundial de café da atualidade produzindo cerca 3,1 milhões de toneladas em 2017 e 15° maior consumidor de café *per capita* consumindo 5,5 kg por pessoa por ano.

Diante destes dados fica evidente a significativa participação do Brasil na produção deste resíduo sólido que em muitas situações é encaminhado para aterros sanitário gerando impactos financeiros e ambientais. Em algumas localidades no Brasil este resíduo ainda pode ser encaminhado para lixões ilegais a céu aberto contribuindo na geração de impactos ambientais como poluição visual, contaminação do solo e proliferação de doenças.

Algumas aplicações para este resíduo vêm sendo especuladas. Algumas dessas aplicações são na produção de alimentos, bebidas, vinagres, cafeína, pectina, proteínas e compostos (FRANCA e OLIVEIRA, 2009). Entretanto a maior parte do volume gerado deste resíduo ainda segue sem ser reutilizado e é descartado indiscriminadamente no meio ambiente (LEIFA et al., 2005).

Nesta conjuntura o presente trabalho se propõe a estudar os efeitos da incorporação do resíduo borra de café sobre as propriedades tecnológicas de uma massa argilosa industrial visando à produção de cerâmica vermelha.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1: Materiais cerâmicos

2.1.1: Conceituação e classificação.

De acordo com a Associação Brasileira de Cerâmica (ABCERAM, 2017), entendem-se como materiais cerâmicos todos os materiais não-metálicos e inorgânicos que geralmente são obtidos após um tratamento térmico em alta temperatura denominado sinterização ou queima. O setor cerâmico é bastante amplo e diversificado, assim, foi feita uma divisão desse setor em segmentos em função de diversas variáveis como matérias-primas, propriedades do produto final e áreas de aplicação. Desta forma, a seguinte classificação é geralmente aplicada:

- Cerâmica Vermelha;
- Materiais de revestimento;
- Cerâmica Branca;
- Materiais Refratários;
- Isolantes Térmicos;
- Fritas e Corantes;
- Abrasivos:
- Vidro Cimento e Cal;
- Cerâmica de alta tecnologia/cerâmica avançada.

Uma vez que neste trabalho será usado somente cerâmica vermelha das cerâmicas listadas acima, focar-se-á neste tipo de material cerâmico.

2.1.2: Cerâmica vermelha e sua indústria

Compreende-se como cerâmica vermelha os diversos materiais que são utilizados na indústria da construção civil, como blocos, telhas, tubos maciços, dentre outros. Além disso, a cerâmica vermelha é muito utilizada para fabricação de alguns utensílios domésticos como filtros de água e panela vermelha (SEBRAE, 2015). A caracterização "vermelha" deve-se à presença de compostos ferrosos que geralmente estão contidos na matéria-prima de fabricação. Esses compostos ferrosos adquirem coloração avermelhada quando a peça é sujeita à sinterização (SEBRAE, 2015). Na Figura 1 são apresentados produtos típicos feitos à base de cerâmica vermelha.



Figura 1: Produtos cerâmicos diversos.

A indústria de cerâmica vermelha brasileira é, em sua maior parte, composta de empresas de pequeno e médio porte que atendem à construção civil. Embora a cadeia produtiva desta indústria esteja distribuída em todo país, a distribuição não é homogênea. As empresas estão localizadas em regiões estratégicas com grande abundância de matéria-prima e proximidade com mercados consumidores (SEBRAE, 2015).

Verifica-se na Figura 2 que a região Sudeste e Sul do país dominam a produção nacional de cerâmica vermelha, respondendo por 65,72%.

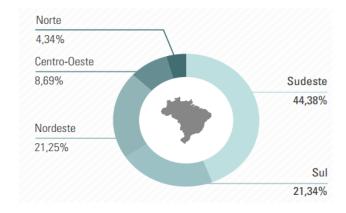


Figura 2: Produção nacional de cerâmica vermelha em 2008 (SEBRAE, 2015).

Em Campos dos Goytacazes, município localizado no norte do estado do Rio de Janeiro, a indústria de cerâmica tem seu papel de destaque. Ao todo, são mais de 100 empresas instaladas na cidade, gerando um capital de cerca de 168 milhões de reais por ano (ALEXANDRE et al., 2006). Pode-se dizer que Campos possui um polo industrial de cerâmica vermelha e sua localização está concentrada em torno da estrada RJ-216 e suas vizinhanças. Sua produção baseia-se em lajotas para lajes, tijolos e telhas e é estimada em cerca de 75 milhões de peças ao mês. O complexo cerâmico campista é o segundo maior do país e estima-se que saiam por dia cerca de 400 caminhões carregados com mercadoria com destino a mercados consumidores como a capital Fluminense, Espírito Santo e Zona da Mata Mineira (ALEXANDRE et al., 2006).

2.2: Argila

2.2.1: Argila: uma visão geral

A argila é uma das matérias-primas mais utilizadas na confecção de produtos cerâmicos e é, em particular, utilizada na produção de cerâmica vermelha. Sendo um produto abundante na natureza, esse insumo é barato. Muitas vezes é usado na forma como é extraído, sem ser realizada qualquer operação de beneficiamento a fim de melhorar a qualidade (CALLISTER, 2012).

As argilas são materiais terrosos que apresentam a propriedade da hidroplasticidade, isto é, quando são misturadas com água, o sistema (argila + água) adquire plasticidade. Além disso, as argilas são constituídas por partículas cristalinas de um número restrito de substâncias chamadas de argilominerais (BAUER, 1994). Do ponto de vista químico, estas substâncias são silicatos hidratados de alumínio, podendo conter outros elementos como magnésio, cálcio, sódio, ferro, potássio, lítio, etc. (SANTOS, 1989). Dentre os argilominerais mais comuns e significativos das argilas, encontram-se os do grupo da caulinita (caulinita e haloisita), grupo da vermiculita (SANTOS, 1989).

As argilas em geral não possuem uma composição química bem-definida, pois seus constituintes e respectivos teores estão atrelados ao solo da região do qual a mesma foi extraída, todavia segundo Bauer, as argilas podem ser classificadas em quatro tipos (BAUER, 1994):

- Argilas de cor de cozimento branca: caulins e argilas plásticas;
- Argilas refratárias: caulins, argilas refratárias e argilas altamente aluminosas;
- Argilas para produtos de grês;
- Argilas para materiais cerâmicos estruturais, amarelas ou vermelhas.

E podem ser encontradas nos dois principais tipos de depósitos de argila:

- Nos veios, trincas ou na superfície das rochas;
- Nas camadas sedimentares, onde foram depositadas devido ao intemperismo das chuvas e ventos.

2.2.2: Características das argilas

Existe uma numerosa variedade de produtos feitos à base de argila, tal fato se justifica uma vez que a argila possui um conjunto de características bastantes especiais que nenhum outro material natural possui simultaneamente. Seguem abaixo tais características (SANTOS, 1989):

- Os constituintes argilominerais apresentam composições químicas e estruturas cristalinas bastante características;
- Os argilominerais apresentam baixa granulometria;
- Suas partículas possuem forma anisométrica (lamelar ou tubular-fibrilar);
- Apresenta o fenômeno da hidroplasticidade;
- Suas partículas possuem alta atividade superficial.

As argilas possuem três propriedades muito importantes que são a hidroplasticidade, a retração e a resposta ao calor que são brevemente discutidas logo abaixo (BAUER, 1994):

Hidroplasticidade: quando se adiciona a água a uma massa argilosa, esta adquire uma certa plasticidade, isto é, pode-se suportar uma certa deformação sem que ocorra a ruptura. Inicialmente, a massa se desagrega facilmente e, no fim a mesma fica mais viscosa. Entre esses dois extremos existe um ponto em que a massa

adquire uma significativa plasticidade. Este ponto ocorre a partir do momento quando a massa não mais se desagrega.

Retração: quando um bloco de argila seca ao ar, a velocidade inicial de evaporação da água contida no material é igual à que teria uma superfície de água igual à do bloco, porém, à medida que a evaporação procede, a velocidade vai reduzindo, pois as camadas externas, ao secarem, recebem água por capilaridade das camadas mais internas, de modo que o conjunto tende a se homogeneizar continuamente. Nesse processo, acontece a formação de vazios que antes eram ocupados pela água e, consequentemente, o sistema tende a contrair-se.

Reação das argilas ao calor: à medida que se aquece a argila, ela vai sofrendo processos físicos e químicos característicos em determinados intervalos de temperatura. Entre 20 a 150 °C, a argila perde água de capilaridade; a partir de 600 °C, a argila começa a sofrer alterações químicas. Inicialmente ocorre a desidratação química, a perda de água de constituição e a queima do material orgânico. Neste estágio, a argila fica endurecida. No segundo estágio, ocorre a calcinação de carbonetos e a partir de 950°C ocorre o terceiro estágio que consiste na vitrificação, proporcionando maior dureza, resistência e compactação ao conjunto.

2.3: Tijolo cerâmico e tecnologia de produção

2.3.1: Tijolo cerâmico: definição

Na sociedade atual, os tijolos cerâmicos são indispensáveis para a indústria da construção civil. A fim de garantir qualidade e confiança aos clientes, os tijolos cerâmicos devem apresentar um padrão determinado de características para sua eficiência definidas por normas técnicas – ABNT (NBR 7170/1983) como apresentar resistência à compressão adequada, durabilidade contra agentes e ambientes agressivos como altos picos de temperatura, umidade e ataques por agentes químicos; além disso, devem apresentar dimensões uniformes e resistir ao fogo (GASPARETO e TEIXEIRA, 2017).

Segundo a norma ABNT (NBR 7170/1983), os tijolos podem ser classificados consoante à resistência de compressão. A Tabela 1 apresenta a classificação dos tijolos conforme a resistência à compressão.

Tabela 1: Resistência à compressão em relação à categoria.

Categoria	Resistência à compressão (MPa)
Α	1,5
В	2,5
С	4,0

2.3.2: Processo de produção de tijolos cerâmicos

Ainda que cada indústria cerâmica tenha uma metodologia própria para a produção de tijolos cerâmicos, em geral, a rota de produção segue ao fluxograma apresentado na Figura 3 fornecido pela Associação Brasileira de Cerâmica (ABCERAM, 2017).

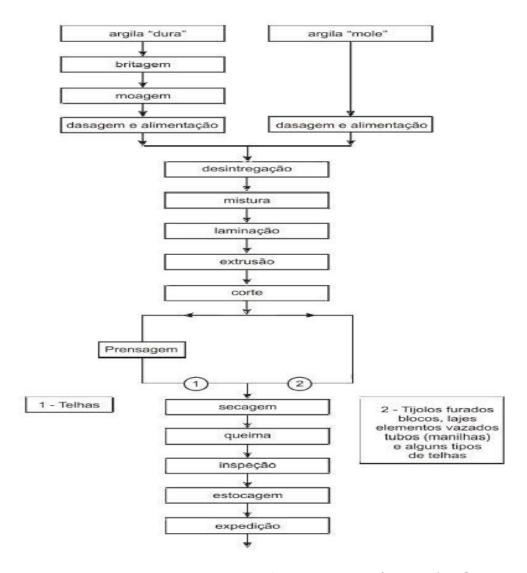


Figura 3: Fluxograma da rota de produção de tijolos cerâmicos (ABCERAM, 2017)

Na prática, são utilizadas no mínimo duas argilas: uma argila "dura" com baixa plasticidade e uma argila "mole" com elevada plasticidade. Estas argilas são dosadas a fim de se obter uma massa argilosa com plasticidade adequada para o processo produtivo. Após feita a dosagem, a massa argilosa é levada por uma correia transportadora e passará por alguns processos de beneficiamento. O primeiro processo de beneficiamento será na desintegração. Na desintegração, os grandes torrões da mistura serão triturados (GODINHO, 2004).

Posteriormente, a mistura passará por um processo de homogeneização com a finalidade de conferir uniformidade à mistura (Figura 4). A desintegração feita previamente é justificada justamente para facilitar o processo de laminação (Figura 5). Neste processo, os torrões de argilas são transformados em pequenas tiras. A massa laminada então é umidificada acima do limite de plasticidade (20 a 35 %) para adquirir consistência plástica que será importante no processo subsequente de moldagem por extrusão (GODINHO, 2004).



Figura 4: Homogeneização da mistura (Bela Vista Tijolos).



Figura 5: Laminação da massa argilosa (Cerâmica Fiovaranti).

Logo em seguida, a mistura laminada será impulsionada, por meio de um "parafuso sem fim" para dentro da câmara. Da câmara, a massa é forçada a passar por uma boquilha. Como o bloco extrudado é contínuo, o mesmo é cortado em tamanho padronizado por meio de cortadeira manual ou automática acoplada à extrusora (GODINHO, 2004). A Figura 6 apresenta o processo de extrusão seguido por corte realizado pela empresa Bela Vista Tijolos.



Figura 6: Processo de extrusão e corte (Bela Vista Tijolos).

Após a extrusão e o corte, os blocos precisam ser secados para eliminar a umidade que foi inserida para plastificar a mistura antes da extrusão. A secagem pode ser de duas formas distintas, ou combinação das mesmas: secagem natural ou artificial. Na secagem natural (Figura 7), os blocos ficam empilhados no galpão. A

utilização deste método de secagem está sujeita principalmente às condições atmosféricas do momento. Na secagem artificial, os blocos são inseridos em câmaras de secagem e são mantidos numa faixa de temperatura da ordem de 80 °C a 110 °C por um determinado período de tempo, sendo este uma variável que depende de uma série de fatores tais como: geometria das peças, características da matéria-prima e da disponibilidade de calor de recuperação dos fornos (GODINHO, 2004).



Figura 7: Secagem natural de tijolos cerâmicos (Bela Vista Tijolos).

Após a secagem ser finalizada, as peças são levadas ao forno de sinterização e são queimadas. Segundo Santos (1989) a temperatura de sinterização normalmente utilizada é em torno de 955 °C. Após a queima, as peças sofrem inspeção para verificação da presença de defeitos e as peças livres dos mesmos são expedidas para o mercado consumidor regional (GORDINHO, 2004). A Figura 8 apresenta o processo de queima de tijolos realizada na cerâmica Bela Vista Tijolos.



Figura 8: Processo de queima (Bela Vista Tijolos).

2.3.3: Indústria da cerâmica vermelha e a questão ambiental

A extração de argila nas olarias gera impactos significativamente negativos sobre o meio ambiente, dentre esses impactos podem ser citados o desmatamento da vegetação nativa, a poluição do ar, a poluição do solo, geração de esgotos a céu aberto, surgimento de moradias em localidades impróprias, aumento da superfície lacustre, além do possível esgotamento das jazidas de argila (PORTELA, GOMES, KOPEZINSKI, 2005). Segundo Zhang (2013), as operações de extração das argilas também podem causar poluição visual.

Em busca de proteção do meio ambiente e do desenvolvimento sustentável, muitas pesquisas têm sido realizadas visando à utilização de certos resíduos para a substituição parcial da argila na produção de tijolos. Dentre os resíduos estudados, encontram-se cinzas volantes, resíduos de construção e de demolição, pó de calcário, resíduos da indústria de papel, pontas de cigarro, pós de forno de cimento, etc (ZHANG, 2013).

2.4: Café

2.4.1: Definição e cenário industrial internacional e nacional

Segundo a enciclopédia *Britannica Academic*, café é uma bebida fabricada a partir das sementes torradas e moídas de uma planta tropical de origem africana. O café é, ao lado da água e do chá, uma das três bebidas mais populares no mundo e um dos *commodities* mais rentáveis.

O mercado de café é bastante expressivo na economia mundial, sendo considerado como um dos mais importantes no mundo. Ao todo são produzidos anualmente cerca de 100 milhões de sacas de 60kg em mais de 70 países tropicais. Em termos de valor no mercado, o café somente fica atrás do petróleo e representa no mercado internacional aproximadamente 10 bilhões de dólares (SOCCOL, 2002).

O Brasil tem um papel de destaque no mercado internacional do café. Segundo a Associação Brasileira da Indústria do Café (ABIC), o Brasil é o maior produtor mundial de café da atualidade, sendo responsável por cerca de 30% do mercado internacional. Este número é tão representativo, que é equivalente ao volume de produção de outros seis países maiores produtores de café. Embora as áreas cafeeiras brasileiras estejam concentradas no eixo centro-sul do país, destacando-se

os estados São Paulo, Paraná, Espírito Santo e Minas Gerais; Bahia e Rondônia também são estados produtores.

2.4.2: Resíduo de café e o meio ambiente

Muitos estudos têm sido realizados sobre os impactos positivos da ingestão de café sobre a saúde humana, porém pouco são conhecidos e estudados os impactos do descarte da borra de café no meio ambiente (FERNANDES et al., 2017).

Durante o processo da obtenção da bebida do café por infusão, uma quantidade significativa de resíduo de borra de café é produzida e considerando o consumo mundial de café, pode-se inferir que anualmente toneladas de borra de café são geradas da cafeteria e da produção doméstica. O valor exato dessa quantidade ainda não está bem consolidado, porém pode-se estimar baseado em valores gerados pela indústria. Este setor consome cerca de 50% da produção mundial de café instantâneo, gerando cerca de 6 milhões de toneladas de borra de café anualmente (TOKIMOTO et al., 2005).

Tem-se especulado algumas aplicações que visem ao uso desse resíduo, todavia a maior parte destes resíduos ainda permanece sem uso e é descartado indiscriminadamente no meio ambiente (LEIFA et al., 2000). Algumas dessas aplicações são na produção de alimentos, bebidas, vinagres, cafeína, pectina, proteínas e compostos (FRANCA, OLIVEIRA, 2009).

2.5: Porosidade e agentes formadores de poros em cerâmica

A porosidade pode ser definida como a relação percentual (quociente) entre o volume ocupado pelo ar contido na massa granular e o volume total ocupada pela massa cerâmica. (FONSECA et al., 2016).

Dependendo de sua microestrutura e de suas propriedades físicas, as cerâmicas porosas podem ter aplicações bastante diversificadas que vão desde a filtragem de gases, até em uso para confecção de implantes ósseos. Uma aplicação notável é o uso de materiais cerâmicos porosos para produção de peças com propriedades de isolação térmica (CARLOS et al., 2005).

Assim se percebe que a porosidade é um parâmetro extremamente importante e deve ser controlado durante a produção de um elemento cerâmico. Quando se

deseja produzir alguma peça cerâmica porosa, alguns aditivos são muitos utilizados para produção de poros, estes são denominados de agentes formadores de poros. Existem vários métodos para incorporação de porosidade em materiais cerâmicos, dos quais se podem três: método da réplica, método da agitação mecânica de um agente espumante e o método da incorporação de compostos orgânicos que podem ser volatizados durante o processo de queima (CARLOS et al., 2005).

No presente trabalho, o princípio de geração de porosidade será por meio de incorporação de material orgânico em massa argilosa industrial. Este método tem algumas vantagens, pois é um processo barato. Além disso, este método permite que se controle o tamanho da porosidade, uma vez que este é determinado pelo tamanho das partículas que são inseridas. A porosidade do material também pode ser controlada pela razão do volume do material orgânico/cerâmico (CARLOS et al., 2005).

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais utilizados e a metodologia adotada para produção das peças cerâmicas com o resíduo de borra de café para aplicação em tijolo cerâmico, bem como para a avaliação das propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos produzidos: retração linear, absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente e resistência à compressão. De forma geral, a metodologia do processo pode ser sintetizada no fluxograma na Figura 9.

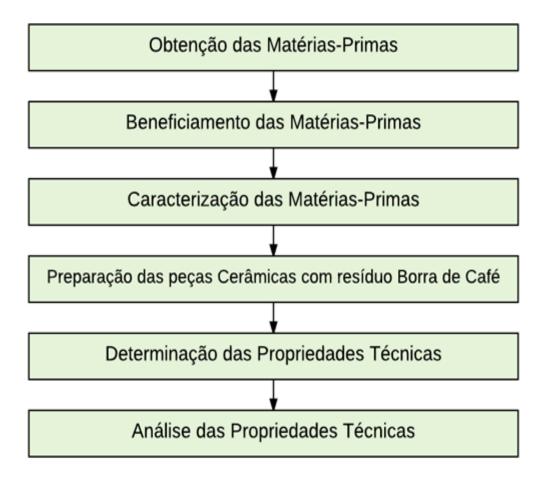


Figura 9: Fluxograma do procedimento geral realizado neste trabalho.

3.1: Aquisição das matérias-primas

As Matérias-primas utilizadas neste trabalho foram:

- Borra de café residual:
- Massa argilosa industrial;

3.1.1: Resíduo borra de café

O café utilizado para a aquisição do resíduo foi da marca "Café Mothé" fornecido pela empresa "Café Líder de Campos", empresa situada em Conselheiro Josino, distrito do município de Campos de Goytacazes. A borra de café residual foi obtida da produção de café domiciliar através do método da infusão. O resíduo passou por um processo de pré-secagem ao ar livre com a finalidade de remover o excesso de umidade.

3.1.2: Massa argilosa industrial

A massa argilosa industrial foi fornecida pela empresa Cerâmica Renascer, uma indústria cerâmica voltada para produção de produtos à base de cerâmica vermelha situada no distrito de São Sebastião de Campos, município de Campos dos Goytacazes — RJ. A massa argilosa industrial é uma mistura de argilas já em proporções corretas para produção de um tijolo de boa qualidade técnica de acordo com as especificações de norma.

3.2: Beneficiamento e a caracterização das matérias-primas

As matérias-primas usadas no presente trabalho foram beneficiadas com o objetivo de dotá-las com as características adequadas para o processamento cerâmico. Ambas matérias-primas coletadas foram submetidas a processo de secagem numa estufa a temperatura de 110°C durante 24 horas a fim de se retirar a umidade contida tanto na massa argilosa industrial quanto no resíduo de borra de café. Após a secagem, a massa argilosa foi cominuída e passada na peneira de 42 mesh (0,355 mm).

As matérias-primas beneficiadas foram submetidas à caracterização física, química e mineralógica por meio de diversas técnicas avançadas de caracterização de materiais tais como difração de raios X, análise térmica diferencial, análise termogravimétrica, espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva e microscopia eletrônica de varredura.

3.2.1: Análise química

Os elementos químicos presentes nas matérias-primas foram determinados utilizando um espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva, marca

Shimadzu, modelo EDX 700. Como os elementos encontram-se geralmente ligados ao oxigênio, os resultados foram apresentados na forma de óxidos. A perda ao fogo das matérias-primas foi determinada de acordo com a expressão:

$$PF = \left(\frac{MA - MF}{MA}\right) * 100 \tag{3.2.1}$$

Onde

PF: Perda ao fogo, em %

MA: Massa da amostra inicial;

MF: Massa da amostra após a queima.

3.2.2: Análise mineralógica

Análise mineralógica qualitativa das matérias-primas foi realizada via difração de raios X usando um difratômetro de raios X convencional, marca Shimadzu modelo XRD 7000, usando radiação Cu-K-α. As fases mineralógicas foram identificadas a partir da comparação dos ângulos de Bragg e das intensidades dos picos de difração com as seguintes fichas ICDD-JCPDS: Caulinita (140164), Gibsita (330018), Goethita (010401), Ilita (260911) e quartzo (331161). Estas fichas podem ser encontradas no presente trabalho no capítulo de anexo.

3.2.3: Análise termogravimétrica e térmica diferencial

O resíduo borra de café foi submetido ao ensaio de análise térmica diferencial (ATD) e análise termogravimétrica (ATG) utilizando-se um analisador térmico simultâneo, marca TA Instruments, modelo SDT 2960, partindo da temperatura ambiente até a temperatura de 950 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera oxidante

3.2.4: Análise granulométrica

A granulometria das matérias-primas foi determinada através do uso combinado das técnicas de sedimentação e peneiramento. O procedimento da determinação da granulometria da massa argilosa utilizando a técnica de sedimentação foi realizado conforme exige a norma ABNT NBR 7181 / 1984.

3.2.5: Análise morfológica

A morfologia das partículas da massa argilosa e do resíduo borra de café, bem como a superfície de fratura dos corpos cerâmicos produzidos foi observada através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) num microscópio eletrônico de varredura, marca Shimadzu, modelo SSX-550, em 15 kV. Para tornar as partículas da massa argilosa e do resíduo bem como a superfície dos corpos cerâmicos condutores, estes materiais foram recobertos com uma fina camada de ouro condutora.

3.2.6: Plasticidade

As propriedades plásticas da massa argilosa industrial como limite de plasticidade, índice de plasticidade e limite de liquidez foram determinadas de acordo com a norma NBR 6459 (ABNT, 1984) e NBR 7180 (ABNT, 1984). A fim de se obter o índice de plasticidade de Atterberg, foram determinados dois parâmetros muito importantes na caracterização de solos que são o limite de plasticidade e o limite de liquidez cujas definições serão apresentadas abaixo:

O limite de plasticidade (LP) é definido como o teor de umidade em que o solo, estando no estado plástico, se perder umidade, passa para o estado semissólido, não tendo, portanto, capacidade de sofrer moldagem. O limite de Liquidez (LL) foi concebido como o menor teor de umidade com que uma amostra de um solo pode ser capaz de fluir (CARVALHO, 2005).

O índice de plasticidade de Atterberg (IP) é dado pela expressão:

$$IP = LL - LP \tag{3.1}$$

Onde:

IP: Índice de plasticidade de Atterberg, em %;

LL: Limite de liquidez, em %;

LP: Limite de plasticidade, em %.

3.3: Formulação e preparação das massas cerâmicas

As massas cerâmicas foram formuladas utilizando distintas proporções de massa argilosa e resíduo borra de café conforme mostrado na Tabela 2.

Tabela 2: Nomenclatura das massas cerâmicas e os correspondentes teores de resíduo borra de café incorporado (% em massa).

Nomenclatura	Teor de resíduo borra de café (%)
A000	0,00
A125	1,25
A250	2,50
A500	5,00
A1000	10,00

Primeiramente, preparou-se a massa cerâmica padrão, isto é, sem qualquer incremento de resíduo de café em sua composição. Para realizar esta preparação, pesou-se 100 g de massa argilosa já beneficiada.

Para preparação das demais massas cerâmicas, precisou-se misturar quantidades adequadas de massa argilosa e de resíduo borra de café, conforme mostrado na Tabela 3, a fim de se obter misturas de 100 g para cada composição desejada.

Tabela 3: Massas utilizadas para confecção das Misturas.

Amostra	Massa Argilosa (g)	Resíduo Borra de Café (g)	Total (g)
A000	100,00	0,00	100,00
A125	98,75	1,25	100,00
A250	97,50	2,50	100,00
A500	95,00	5,00	100,00
A1000	90,00	10,00	100,00

As massas foram medidas utilizando a balança digital da marca Shimadzu modelo S3000 com resolução de 0,01 g. Após a pesagem, as misturas foram submetidas ao processo de homogeneização usando um misturador cilíndrico de laboratório a fim de que a distribuição dos componentes se tornasse uniforme. Após a homogeneização as massas cerâmicas foram umidificadas com 7 % em massa de

água e depois mantidas em saco plástico por um período de 24 horas a fim de se obter boa distribuição da umidade

3.4: Conformação das peças cerâmicas

Neste trabalho as peças foram conformadas por prensagem uniaxial numa matriz de aço cilíndrica de 25 mm de diâmetro, usando uma prensa hidráulica marca Metal PEM, modelo PHP, de capacidade de 15 toneladas. A pressão de compactação usada foi de aproximadamente 30 MPa. Para cada composição foram preparadas cinco peças cerâmicas.

3.5: Secagem das peças cerâmicas

Após a prensagem, as peças cerâmicas foram encaminhadas à estufa a fim de que a água adicionada para plastificar fosse eliminada (secagem artificial). Para tal fim, as peças cerâmicas permaneceram na estufa a temperatura de 110 °C por um período de 24 horas.

Após o término da secagem dos corpos prensados, realizou-se a determinação da retração linear de secagem.

3.5.1: Retração linear de secagem

A retração linear de secagem RL_S das peças cerâmicas foi determinada de acordo com a expressão 3.2:

$$RL_S = \left(\frac{D_u - D_s}{D_u}\right) * 100 \tag{3.2}$$

Onde:

RL_S: Retração linear de secagem, em %;

 D_u : Diâmetro da peça cerâmica úmida;

 D_s : Diâmetro da peça cerâmica seca.

As medidas das dimensões foram realizadas com auxílio de um paquímetro digital da marca Mitutoyo com resolução de 0,01 mm.

3.6: Queima das peças cerâmicas

As peças cerâmicas provenientes da secagem foram submetidas ao processo de queima num forno elétrico tipo mufla da marca Maitec modelo FL 1300, a uma temperatura de 950 °C, durante duas horas na temperatura de patamar com uma taxa de aquecimento de aproximadamente 1 °C/min. Após permanecer duas horas na temperatura de patamar, o forno foi desligado e o resfriamento das peças cerâmicas ocorreu por inércia dentro do forno até a temperatura ambiente.

3.7: Dilatometria

Com o intuito de se estudar o comportamento de sinterização dos corpos de prova produzidos, as peças incorporadas com resíduo em teores de 0 %, 5 % e 10 % foram submetidas ao ensaio de dilatometria, utilizando o dilatômetro da marca Netzsch, modelo DIL 402. Neste ensaio, as amostras foram submetidas ao vácuo e foram aquecidas de 25 °C a 1050 °C com uma taxa de aquecimento de 5 °C/min.

3.8: Investigação das propriedades tecnológicas das peças cerâmicas

3.8.1: Retração linear de queima

A retração linear de queima (RL_Q) das peças cerâmicas foi determinada de acordo com a expressão 3.3:

$$RL_Q = \left(\frac{D_S - D_Q}{D_S}\right) * 100 \tag{3.3}$$

Onde:

 RL_0 : Retração linear de queima, em %;

 D_s : Diâmetro da peça cerâmica seca;

 D_q : Diâmetro da peça cerâmica queimada.

3.8.2: Redução mássica de queima

A redução mássica de queima RM_Q das peças cerâmicas foi determinada de acordo com a expressão 3.4:

$$RM_Q = \left(\frac{M_S - M_Q}{M_S}\right) * 100 \tag{3.4}$$

Onde:

RM₀: Redução mássica de queima, em %;

 M_S : Massa da peça cerâmica seca;

 M_O : Massa da peça cerâmica queimada.

3.8.3: Porosidade aparente

Para realização do ensaio de porosidade aparente, as peças foram levadas à estufa e submetidas a uma temperatura de 110 °C durante um período de 24 horas. Após serem resfriadas naturalmente, as peças secas foram pesadas na balança, encontrando-se a massa M_S . Em seguida, as peças foram imersas num recipiente com água fervente durante o intervalo de 2 horas. Após concluído essa etapa, as peças úmidas foram pesadas novamente, encontrando-se a massa M_M . Posteriormente, fezse uma adaptação a fim de medir a massa aparente da peça quando imersa em água M_A .

A porosidade aparente de cada peça foi calculada de acordo com a expressão 3.5:

$$PA(\%) = \left(\frac{M_M - M_S}{M_M - M_A}\right) * 100 \tag{3.5}$$

Onde:

PA(%): Porosidade aparente, em %;

 M_M : Massa da peça úmida;

 M_S : Massa da peça seca após sair da estufa de secagem;

 M_A : Massa aparente da peça quando imersa em água.

3.8.4: Densidade bulk

A densidade bulk (ρ) de cada peça foi calculada de acordo com a expressão 3.6:

$$\rho = \frac{M}{V} \tag{3.6}$$

Onde:

 ρ : Densidade *bulk*, em g.cm⁻³;

M: Massa da peça seca, em g;

V: Volume aparente da peça, em cm³;

3.8.5: Absorção de água

A absorção de água (AA) das peças foi determinada de acordo com a norma NBR ABNT 15270 / 2005 conforme a expressão 3.7:

$$AA = \left(\frac{M_M - M_S}{M_S}\right) * 100 \tag{3.7}$$

Onde:

AA: Absorção de água, em %;

 M_M : Massa da peça saturada em água;

 M_S : Massa da peça seca.

3.8.6: Resistência à tração simples

Neste trabalho, o ensaio de compressão diametral foi realizado numa máquina de ensaios universal, marca Instron, modelo 5582, com velocidade de carregamento de 0,5 mm/min. A resistência à tração das peças queimadas (Rc_q) foi calculada de acordo com a expressão 3.8:

$$Rc_q = \frac{2F}{\pi dt} * 1000 \tag{3.8}$$

Onde:

 Rc_q : Resistência à tração pelo método de compressão diametral, em kPa;

- F: Carga de ruptura, em N;
- d: Diâmetro da peça queimada, em mm;
- t: Altura da peça cilíndrica queimada, em mm.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos durante a realização dos experimentos.

4.1: Caracterização das matérias-primas

4.1.1: Caracterização do resíduo borra de café

4.1.1.1: Análise química

Constatou-se que a perda de fogo ao resíduo borra de café foi de 97,04 %, isto sugere que, durante o processo de sinterização, a maior parte do resíduo foi eliminado dos corpos cerâmicos, deixando apenas 2,96 % de cinzas nos corpos cerâmicos produzidos. Na Tabela 4 é apresentado o resultado normalizado da análise química do resíduo borra de café. Este resultado foi normalizado com o intuito de excluir a parcela eliminada pela perda ao fogo.

Tabela 4: Composição química normalizada do resíduo borra de café.

Óxidos	% em massa
K_2O	50,04
CaO	26,32
Fe_2O_3	15,16
Er_2O_3	4,91
Eu_2O_3	1,92
Sc_2O_3	1,02
CuO	0,64

Verifica-se que do ponto de vista químico o resíduo borra de café proveniente de infusão utilizado neste trabalho consistem essencialmente de óxido de potássio (K_2O) com 50,04 % em massa, óxido de cálcio (CaO) com 26,32 % em massa e óxido de ferro III (Fe_2O_3) com 15,16 % em massa, o qual corresponde cerca de 91,52 % em massa.

Kadir et al. (2015) realizaram a incorporação do resíduo borra de café em massa argilosa e posteriormente queimaram estas massas na temperatura de 1050 °C. Neste trabalho, eles primeiramente fizeram a caracterização química do resíduo utilizado e encontraram um teor normalizado de 9,62 % de óxido de potássio, 21,11

% de óxido de cálcio e 25,8 % de óxido de ferro III, além de outros óxidos. Percebese que existe uma diferença significativa entre a quantidade de óxido de potássio encontrada no trabalho desses pesquisadores e a quantidade encontrada no presente trabalho. Uma explicação para tal discrepância pode residir nas diferenças regionais e de variedades do café, uma vez que os constituintes do grão de café estão diretamente associados ao solo no qual ele foi plantado e da variedade genética da plantação.

4.1.1.2: Difração de raios X

Análise mineralógica qualitativa da amostra de resíduo de borra de café foi feita via ensaio de difração de raios X cujo difratograma é apresentado na Figura 10.

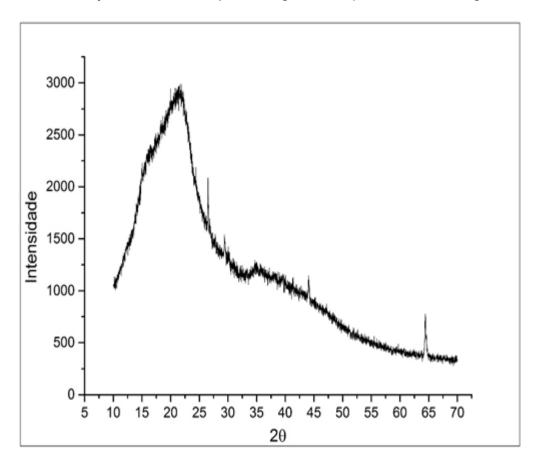


Figura 10: Difratograma de raios X do resíduo borra de café.

Observa-se na Figura 10 que o resíduo borra de café apresenta-se como um material amorfo, isto é, não apresenta um ordenamento atômico de longo alcance. Nota-se claramente no difratograma a ausência de picos de difração bem definidos, mas o aparecimento de uma banda amorfa entre $2\theta = 10$ a 70° . Isto dificulta a

identificação dos possíveis minerais presentes no resíduo de borra de café utilizado proveniente de infusão.

4.1.1.3: Granulometria

A fim de se conhecer a granulometria do resíduo de borra de café, foi realizado o ensaio de peneiramento. A análise via sedimentação das partículas não foi possível de ser realizada, pois esta técnica é mais indicada para a realização em solos ou em pós mais finos que as partículas do resíduo borra de café. Assim, foi realizado apenas o ensaio de peneiramento utilizando peneiras com granulometria de 10, 20, 40, 60, 100 e 200 mesh. Na Tabela 5 são apresentados os resultados da análise por peneiramento.

Tabela 5: Distribuição do tamanho de partícula do resíduo borra de café.

Peneira				% da amostra	
Abertura	da malha	Massa do	% da amostra	%	total que
Mesh	mm	resíduo (g)	Parcial	Acumulada	Passa
10	2,000	0,00	0,00	0,00	100,0
20	0,840	0,15	3,54	3,54	96,46
40	0,420	0,68	16,07	19,62	80,38
60	0,250	0,75	17,72	37,34	62,66
100	0,149	0,37	8,74	46,08	53,92
200	0,074	0,16	3,78	49,87	50,13

Para melhor visualização dos dados granulométricos, a Figura 11 apresenta a curva de distribuição do tamanho de partículas da amostra de resíduo borra de café. O ensaio de granulometria permitiu extrair as seguintes características em termos de tamanho de partículas do resíduo:

- Aproximadamente 50 % das partículas do resíduo borra de café possui granulometria inferior a 200 mesh, isto é, possui diâmetro médio equivalente inferior a 0,075 mm;
- 100 % das partículas do resíduo borra de café possui granulometria inferior a
 10 mesh, isto é, possui diâmetro médio equivalente inferior 2 mm.

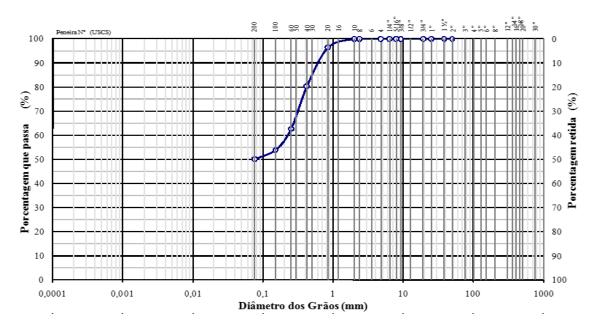


Figura 11: Curva de distribuição de tamanho de partículas da amostra de resíduo borra de café.

4.1.1.5: Morfologia do resíduo

A fim de se conhecer a morfologia das partículas do resíduo borra de café, realizou-se a análise utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura, visualizando a amostra em diferentes aumentos. Primeiramente, a fim de se ter uma visão geral da morfologia das partículas do resíduo borra de café, foram obtidas micrografias com aumento de 17 vezes. Posteriormente, obtiveram-se micrografias com ampliação de 100 vezes para avaliar a superfície das partículas. Estas micrografias com ampliações de 17 e 100 vezes são mostradas nas Figuras 12 e 13, respectivamente

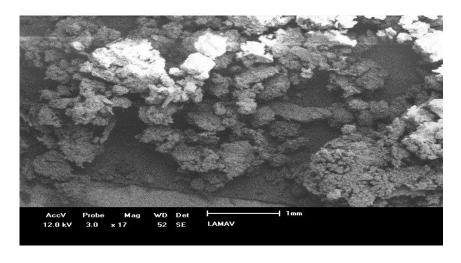


Figura 12: Morfologia das partículas do resíduo borra de café (17 vezes).

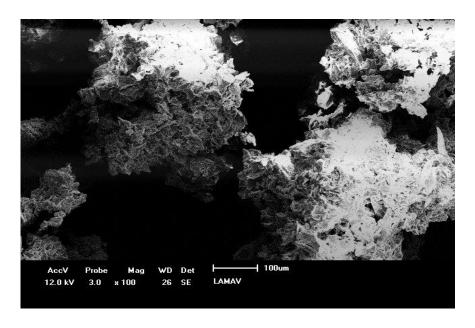


Figura 13: Morfologia das partículas do resíduo borra de café (100 vezes).

Nota-se que as partículas do resíduo borra de café estão bastante aglomeradas umas às outras, o que dificulta a identificação individual da morfologia. Isto já era esperado uma vez que o resíduo borra de café é gerado a partir da infusão do pó de café que, via de regra, é um pó fino em água quente. É possível observar, entretanto, que os aglomerados apresentam uma morfologia irregular e que a superfície deles possui um relevo topográfico com textura bastante rugosa. Verifica-se também que os aglomerados formados apresentam tamanhos grosseiros corroborando os dados granulométricos apresentados na Figura 11.

4.1.1.6: Análise termogravimétrica e diferencial

A fim de se tomar conhecimento a respeito do comportamento térmico do resíduo em questão quando exposto ao calor, realizou-se a análise termogravimétrica (ATG) e análise térmica diferencial (ATD) na amostra do resíduo borra de café.

As curvas de ATG – ATD da amostra de resíduo borra de café utilizado são apresentadas na Figura 14.

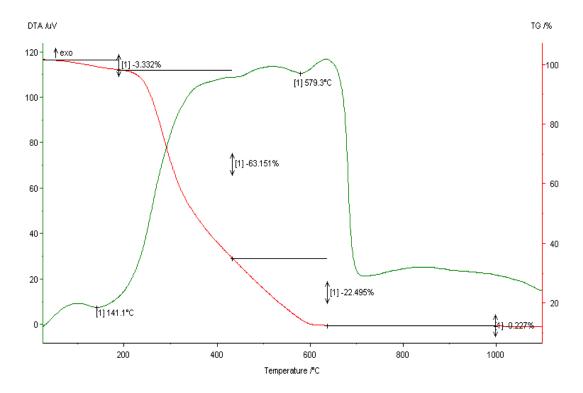


Figura 14: Curvas ATG – ATD do resíduo borra de café.

A avaliação das curvas ATG – ATD permite extrair alguns resultados importantes:

- Entre as temperaturas de 50 °C e 160 °C encontra-se um pequeno e disperso pico endotérmico na curva de análise térmica diferencial. Este pico está possivelmente relacionado à perda da umidade e à vaporização de compostos voláteis. Este pico reflete diretamente na curva de ATG, pois se constata que houve uma perda de massa de 3,33 % nesse intervalo de temperatura.
- Entre as temperaturas de aproximadamente 180 °C e 630 °C encontra-se um enorme pico exotérmico. Este fenômeno sugere que o resíduo borra de café começa a sofrer decomposição em 160°C e que na temperatura de 632 °C o resíduo já está praticamente todo decomposto e eliminado. Este pico reflete diretamente na curva da ATG, pois nesse intervalo de temperatura, esta curva indica uma perda de massa de 85,6 % da massa total.
- De acordo com a curva de ATG, o resíduo borra de café apresentou perda de massa total de cerca de 89,21 % durante aquecimento. Isto se deve ao fato do resíduo ser constituído essencialmente de matéria orgânica. Assim é de se esperar que o resíduo seja em sua maior parte eliminado dos corpos de

cerâmicos durante o processo de sinterização, corroborando com a perda de fogo obtida do resíduo borra de café.

4.1.2: Caracterização da massa argilosa industrial

4.1.2.1: Análise Química

Na Tabela 6 é apresentado o resultado obtido da análise química da massa argilosa industrial. Constata-se que do ponto de vista químico a massa argilosa industrial consiste essencialmente de óxido de silício (SiO₂) com 62,17 % em massa e óxido de alumínio (Al₂O₃) com 22,55 % em massa, o que corresponde aproximadamente 85 % em massa. A presença de tais elementos indica que o mineral caulinita (Si₂Al₂O₅(OH)₄) pode estar em quantidade representativa na composição mineralógica da massa argilosa.

Tabela 6: Composição química da massa argilosa industrial.

Componentes	% em massa
Al_2O_3	22,55
CaO	0,43
Fe_2O_3	3,14
K ₂ O	1,32
MgO	0,45
MnO	< 0,05
Na ₂ O	0,45
P_2O_5	0,09
SiO ₂	62,17
TiO_2	1,11
Perda de Fogo	8,82

A análise química mostra que a massa argilosa industrial contém um teor de 3,14 % de óxido de ferro III (Fe₂O₃). Tal resultado sugere que os corpos de cerâmicos possuem uma tendência de adquirirem coloração avermelhada após o processo de sinterização.

4.1.2.2: Difração de raios X

Com a finalidade de identificar qualitativamente quais os minerais que estão presentes na massa argilosa, realizou-se o ensaio de difração de raios X. A Figura 15

apresenta o espectro de difração de raios X obtido para a massa argilosa. Os resultados mostram que a massa argilosa é constituída pelos minerais caulinita, gibsita, goethita, quartzo, Ilita com predominância da caulinita. A predominância da caulinita corrobora com a previsão feita com base nos resultados da análise química.

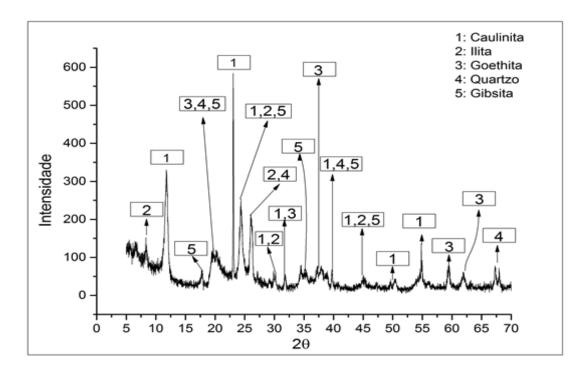


Figura 15: Difratograma de raios X da massa argilosa.

4.1.2.3: Granulometria

A fim de se conhecer a granulometria da massa argilosa, foi realizado o ensaio de peneiramento. Foram utilizadas peneiras com granulometria de 20, 40, 60, 100 e 200 mesh. Na Tabela 7 são apresentados os resultados deste ensaio. A massa de resíduo utilizada foi de 52,90 g.

Tabela 7: Distribuição do tamanho de partícula da massa argilosa industrial realizada por peneiramento fino.

Peneira				% da amostra	
Abertura	da malha	Massa	% da amostra	%	total que
Mesh	mm	da argila (g)	Parcial	Acumulada	Passa
20	0,840	0,00	0,00	0,00	100,00
40	0,420	0,00	0,00	0,00	100,00
60	0,250	1,94	3,67	3,67	96,33
100	0,149	7,96	15,05	18,71	81,29
200	0,074	6,42	12,14	30,85	69,15

A fim de se conhecer as frações ainda mais finas da amostra da massa argilosa, realizou-se o ensaio de sedimentação. Seguem na Tabela 8 os resultados do ensaio de sedimentação.

Tabela 8: Distribuição do tamanho de partícula da massa argilosa industrial realizada por sedimentação.

% da amostra com diâmetro inferior
67,961
64,873
61,785
60,241
58,080
56,227
54,066
50,978
49,126
45,729
42,333
38,627

Unindo os dados das Tabelas 7 e 8 e fazendo a representação gráfica, obtevese a curva de granulometria da amostra de massa argilosa industrial apresentada na Figura 16.

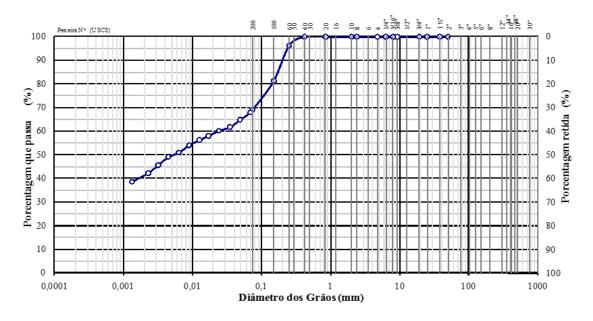


Figura 16: Curva de distribuição de tamanho de partículas obtida pela combinação de peneiramento e sedimentação da amostra de massa argilosa industrial.

Segundo a norma ABNT NBR 6502 / 1995, a classificação dos solos com base na granulometria é dada conforme é mostrado na Tabela 9.

Tabela 9: Classificação dos solos com base na granulometria.

Tipo de Solo	Diâmetro dos grãos (mm)
Pedregulho	2,00 a 60,0
Areia grossa	0,60 a 2,00
Areia média	0,20 a 0,60
Areia fina	0,06 a 0,20
Silte	0,002 a 0,06
Argila	até 0,002

Com base na distribuição de tamanho de partículas obtida, concluiu-se que 25,3 % da amostra consiste em silte, 41,3 % da amostra consiste em argila e 33,4 % da amostra consiste em areia, sendo que 66,7 % desta areia pode ser classificada como a areia fina e 33,3 % pode ser classificada como areia média. Além disso, podese concluir que 100 % da amostra possui granulometria inferior a 40 mesh, isto é, possui diâmetro médio equivalente inferior 0,420 mm e que aproximadamente 50 % da amostra possui granulometria com diâmetro médio equivalente inferior a 6,3 µm.

Observa-se que a massa argilosa utilizada neste trabalho possui granulometria significativamente mais fina em relação ao resíduo borra de café utilizada.

4.1.2.4: Plasticidade e densidade real dos grãos

Paralelamente aos ensaios da determinação da granulometria, realizaram-se ensaios correlatos nos quais foram determinados os limites de consistência de Atterberg e a densidade real dos grãos. Seguem na Tabela 10 estes resultados.

Tabela 10: Propriedades físicas da massa argilosa.

Propriedades Físicas	
Densidade Real dos Grãos (g.cm ⁻³)	2,57
Limite de Liquidez (%)	45,9
Limite de Plasticidade (%)	25,3
Índice de Plasticidade (%)	20,6

Os resultados da Tabela 10 mostram que a massa argilosa apresentou valores de limite de liquidez LL = 45.9 % e limite de plasticidade LP = 25.3 %, permitindo assim

determinar o índice de plasticidade, cujo valor encontrado foi IP = 20,6 %. Isto indica que a massa argilosa pode ser considerada como uma argila altamente plástica, uma vez que se obteve IP superior a 15 %. De acordo com a literatura (SANTOS et al., 1989) os valores de índice de plasticidade e limite de plasticidade podem ser usados para determinar as zonas de extrusão ótima e aceitável de uma argila ou massa argilosa empregada para produção de cerâmica vermelha. Especificamente, a zona de extrusão ótima compreende valores de índice de plasticidade entre 15 % e 25 % e limite de plasticidade entre 18 % e 25 %, enquanto que para uma zona de extrusão aceitável tem-se índice de plasticidade entre 10 % e 34 % e limite de plasticidade entre 18 % e 31 %. Portanto a massa argilosa usada neste trabalho com valores de IP = 20,6 % e LP = 25,3 % apresenta boas condições de conformação em termos de plasticidade, pois, como pode ser visto na Figura 17, tais parâmetros encontram-se no limiar das zonas de extrusão ótima e aceitável.

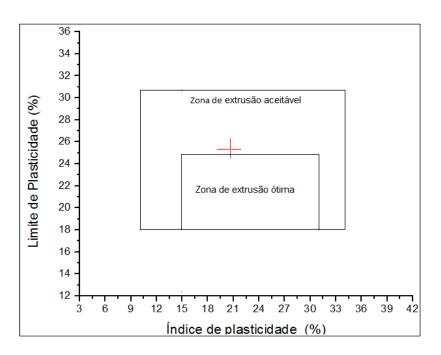


Figura 17: Prognóstico de extrusão da massa argilosa industrial

4.1.2.5: Morfologia do pó da massa argilosa

A fim de se conhecer a morfologia das partículas de argila, realizou-se análise utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura, visualizando a amostra em diferentes aumentos. Primeiramente, a fim de se ter uma visão da morfologia da amostra como um todo se aplicou um aumento de 100 vezes. A imagem obtida encontra-se na Figura 18.

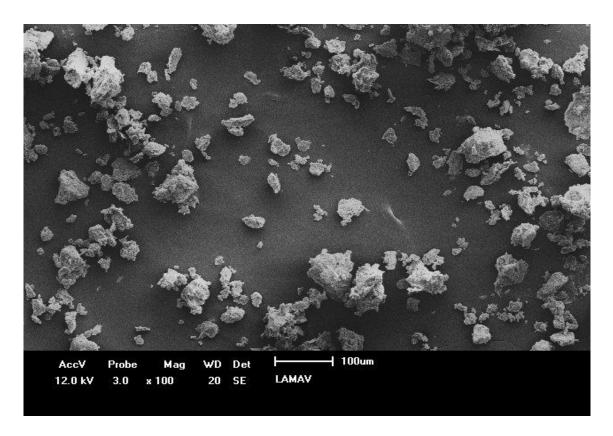


Figura 18: Morfologia das partículas da massa argilosa (100 vezes).

Nota-se que não existe uma forma padrão para estas partículas. Estas irregularidades podem influenciar em várias propriedades do pó como, por exemplo, dificuldades para empacotamento e compressão.

Comparando as imagens de microscopia eletrônica de varredura das duas matérias-primas sob um aumento de 100 vezes, nota-se claramente uma significativa diferença entre o tamanho das partículas do resíduo borra de café e da massa argilosa, confirmando visualmente os resultados obtidos na análise granulométrica.

A fim de se se conhecer a morfologia da superfície da partícula, aplicou-se um aumento de 2000 vezes. A imagem obtida encontra-se na Figura 19.

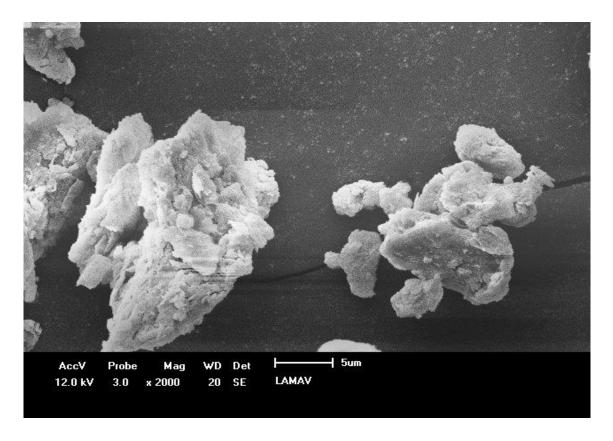


Figura 19: Morfologia das partículas da massa argilosa (2000 vezes).

Nota-se que a superfície da partícula de argila apresenta muitas irregularidades topográficas como rugosidade, curvaturas. Uma vez que a área superficial é força motriz da sinterização e as irregularidades topográficas contribuem com o aumento da área de superfície, espera-se que a massa argilosa apresente totais condições de sofrer uma sinterização eficiente.

4.2: Aspectos visuais dos corpos cerâmicos após a sinterização

Os corpos de prova obtidos após o processo de sinterização estão apresentados na Figura 20.



Figura 20: Corpos cerâmicos após o processo de sinterização.

Segue na Tabela 11 a correspondência entre a numeração adotada nos corpos cerâmicos e seus respectivos teores de resíduo de borra de café incorporado.

Tabela 11: Numeração dos corpos cerâmicos e seus respectivos teores de resíduo de borra de café.

Numeração	Quantidade de borra de café (%)
01 05	0,00
06 10	1,25
11 15	2,50
16 20	5,00
21 25	10,00

Observa-se que os corpos de cerâmicos após o processo de sinterização apresentaram uma tonalidade levemente avermelhada. Tal coloração já era esperada uma vez que se constatou na análise química da massa argilosa industrial um teor de 3,14 % em massa de óxido de ferro III (Fe₂O₃). Não se observa, entretanto, que a intensidade da coloração variou conforme aumentava o teor de resíduo incorporado.

Outro aspecto visual notável nestes corpos cerâmicos produzidos foi o gradiente de porosidade aberta existente na superfície à medida que o teor de resíduo aumentava. É possível perceber que os corpos cerâmicos que não sofreram incorporação de resíduo apresentaram poros significativamente menores em relação aos corpos cerâmicos nos quais foram incorporados resíduo em 10 % em massa. As Figuras 21 e 22 apresentam as superfícies dos corpos cerâmicos incorporados com 0 e 10 % de resíduo, respectivamente.

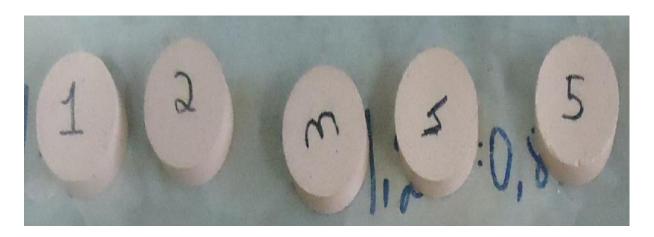


Figura 21: Superfície dos corpos de prova que não sofreram incorporação de resíduo.



Figura 22: Superfície dos corpos de prova incorporados com 10 % em massa de resíduo.

4.3: Propriedades técnicas após a secagem

4.3.1: Retração linear de Secagem

Na Tabela 12 são apresentados os valores da retração linear de secagem obtidos em função da concentração de resíduo borra de café.

Tabela 12: Valores da retração linear de secagem das peças produzidas em função da concentração de resíduo borra de café.

Composição (%)	Ret. linear de secagem (%)	Desvio padrão	Coeficiente de variação (%)
0,00	0,24	0,10	41,7
1,25	0,20	0,00	0,00
2,50	0,20	0,09	45,0
5,00	0,18	0,02	11,1
10,00	0,18	0,02	11,1

Na Figura 23 a relação entre a retração linear de secagem e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

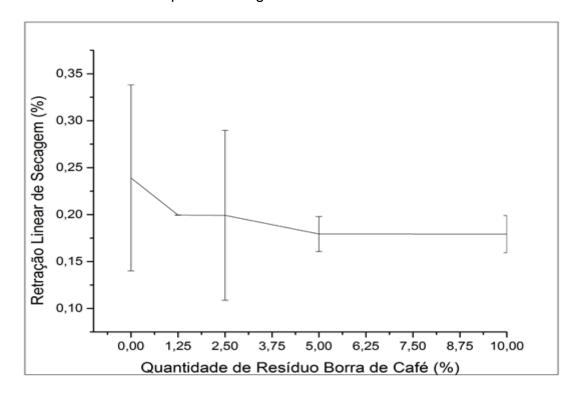


Figura 23: Retração linear de secagem (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%).

Observa-se que os valores de retração linear de secagem obtidos tiveram um alto grau de dispersão e isto pode ser constatado através pelo alto valor do coeficiente de variação, em especial para as amostras com composições de 0 e 2,5 % de resíduo. Observa-se na Figura 23 que a variação da retração linear de secagem está dentro dos limites de dispersão, sendo assim não é possível concluir que a incorporação de resíduo borra de café interferiu no comportamento da retração linear de secagem.

4.4: Comportamento de sinterização das massas argilosas

Com a finalidade de analisar o comportamento dilatométrico do material argiloso incorporado com resíduo borra de café, realizou-se a análise dilatométrica nas amostras com composições de resíduo de 0 %, 5 % e 10 % em massa. As curvas dilatométricas dos corpos de prova com composições de 0 %, 5 % e 10 % encontramse na Figura 24.

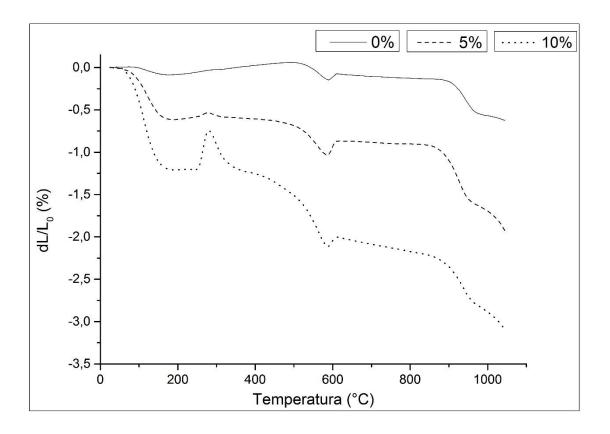


Figura 24: Curva de dilatometria dos corpos de cerâmicos incorporados com composições de 0, 5 e 10% de resíduo borra de café.

Observa-se a ocorrência de um pico de expansão na temperatura 270 °C nos corpos cerâmicos incorporados com resíduo em teores de 5 e 10 %. Tal pico inexistiu

nos corpos cerâmicos que não sofreram incorporação de resíduo. Além disso, a expansão foi mais acentuada nos corpos cerâmicos com 10 % de resíduo. Este pico pode estar relacionado a uma alta taxa instantânea de formação de gases no interior das peças, de forma que a peça não conseguiu expulsá-los com a mesma velocidade, ocasionando assim um inchamento momentâneo nestas peças.

Observa-se a ocorrência de um pico na temperatura de 573 °C em todos os corpos cerâmicos testados. Tal pico está relacionado à transformação alotrópica sofrida pelo quartzo. Nessa temperatura o quartzo α se transforma no quartzo β .

O decrescimento brusco observado nas três curvas dilatométricas a partir da temperatura de 867 °C está associado ao início da sinterização das partículas da massa argilosa.

No geral observa-se que os corpos cerâmicos incorporados com 10 % de resíduo borra de café tiveram uma retração relativa de 2,76 %, enquanto os corpos cerâmicos que não sofreram incorporação de resíduo apresentaram uma retração relativa menor de 0,45 %. Os corpos cerâmicos com 5 % de resíduo na composição sofreram uma retração relativa intermediária de 1,54 %.

4.5: Propriedades técnicas após a queima

4.5.1: Redução mássica de queima

Na Tabela 13 são apresentados os valores obtidos da redução da massa sofrida pelas peças de cerâmica vermelha durante o processo de queima.

Tabela 13: Valores da redução mássica de queima das peças produzidas.

Composição (%)	Redução mássica de queima (%)	Desvio padrão (%)
0,00	9,28	0,06
1,25	10,67	0,09
2,50	11,84	0,00
5,00	13,31	0,43
10,00	17,65	0,52

Na Figura 25 a relação entre a redução mássica de queima e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

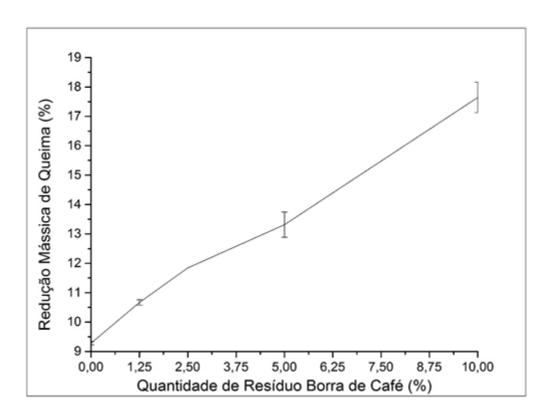


Figura 25: Redução mássica de queima (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%).

Como esperado, à medida que o teor de resíduo borra de café aumentou, maior foi a perda mássica durante o processo de queima. Baseado nos resultados obtidos tem-se que os corpos cerâmicos que não tiveram resíduo incorporado foram os que apresentaram a menor redução mássica de queima $RM_Q = 9,28$ %. Por outro lado, os corpos nos quais foi incorporada a maior quantidade de resíduo (10 % em massa) foram os que apresentaram a maior redução mássica de queima $RM_Q = 17,65$ %. Este resultado sugere que o resíduo borra de café incorporado na massa argilosa foi eliminado durante o processo de sinterização corroborando com os resultados das análises térmicas.

Considerando que as únicas perdas de massa durante o processo de sinterização estão relacionadas à perda ao fogo da massa argilosa e do resíduo borra de café, é possível re-escrever a expressão 3.4 em função do teor de resíduo incorporado e das perdas ao fogo dos constituintes. Assim sendo a redução mássica de queima pode ser calculada conforme a seguinte expressão:

$$RM_O^T = \tau_{Res} * PF_{Res} + (100 - \tau_{Res}) * PF_{MA}$$
 (4.1)

Onde:

 RM_Q^T : Redução mássica de queima estimada, em %;

 $\tau_{\textit{Res}}$: Teor de resíduo borra de café, em % em massa;

 PF_{Res} : Perda ao fogo do resíduo borra de café, em %;

 PF_{MA} : Perda ao fogo da massa argilosa industrial, em %.

Segue na Tabela 14 uma comparação entre a redução mássica de queima experimental e redução mássica de queima estimada.

Tabela 14: Comparação entre a redução mássica de queima experimental e a redução mássica de queima estimada.

Composição (%)	Redução mássica de queima experimental (%)	Redução mássica de queima estimada (%)
0,00	9,28	8,82
1,25	10,67	9,92
2,50	11,84	11,03
5,00	13,31	13,23
10,00	17,65	17,64

Observou-se que os valores de redução mássica obtidos experimentalmente estão bem próximos aos estimados, fortalecendo ainda mais a tese de que o resíduo foi praticamente todo eliminado durante o processo de sinterização.

4.5.2: Retração linear de queima

Na Tabela 15 são apresentados os valores da retração linear de queima sofrida pela peça em função da concentração do resíduo borra de café.

Tabela 15: Valores da retração linear de secagem das peças produzidas em função da concentração de Resíduo borra de café.

Composição (%)	Retração linear de queima (%)	Desvio padrão
0,00	0,47	0,07
1,25	0,41	0,05
2,50	0,52	0,04
5,00	0,69	0,03
10,00	0,84	0,11

Na Figura 26 a relação entre a retração linear de queima e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

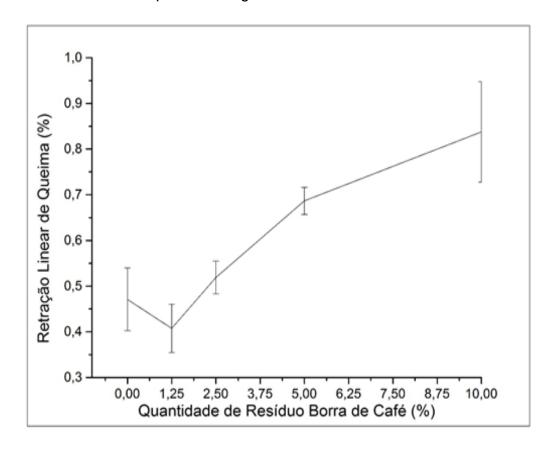


Figura 26: Retração linear de queima (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%).

A análise gráfica mostra que a incorporação de resíduo em até 2,5 % não alterou de maneira substancial o valor da retração linear de queima, pois, embora os valores médios sejam distintos, todos os três valores encontraram-se dentro na margem de erro prevista pelo desvio padrão. Para corpos de prova com teores de resíduo incorporado superior a 2,5 %, entretanto, percebeu-se que à medida que o teor de resíduo aumentou, aumentou também a retração. Assim sendo, os corpos de prova que obtiveram a maior retração foram aqueles cujo teor de resíduo incorporado foi de 10 %. Estes corpos prova apresentaram uma retração linear de queima média de 0,84 %.

O aumento da retração linear de queima presenciado em corpos de prova que sofreram incorporação de resíduo em concentrações acima de 2,5 % pode ser explicado, pois à medida que este resíduo é eliminado durante queima pelo processo

de volatilização, ele vai deixando lugares vazios instantâneos nos corpos de provas. Para estes lugares vazios, existem três possibilidades:

- Estes lugares vazios são eliminados pelo processo de migração de partículas de argilas que se encontram nas vizinhanças desses vazios. Esta migração faz com que o corpo de prova se retraia;
- 2. Estes vazios não são eliminados, assim esta volatilização gerará porosidade na peça final;
- 3. Ocorrência concomitante e parcial dos dois eventos anteriores.

No geral, o terceiro caso é o mais comum de ocorrer e isto explica o motivo pelo qual a retração linear de queima aumenta à medida que a concentração resíduo aumenta, pois evidentemente quanto maior a concentração de resíduo, maior quantidade desses vazios instantâneos são formados. Para corpos cerâmicos incorporados com menos de 2,5 % de resíduo, entretanto, este efeito não foi tão pronunciado, o que fez com que a retração linear de queima permanecesse aproximadamente constante.

Phonphuak (2013) realizou estudo dos efeitos da incorporação de resíduo borra de café em argilas e as queimou na temperatura de 900°C. Em sua pesquisa, ele produziu corpos cerâmicos com teores de resíduo de 0 %, 2,5 %, 5,0 %, 7,5 %, 10 % em massa. Para fins de comparação, apenas serão analisados os corpos cerâmicos com composição de 0 %, 2,5 %, 5 % e 10 %.

Na Tabela 16, é apresentado um quadro comparativo com os resultados de retração linear de queima obtidos por Phonphuak e os valores obtidos no presente trabalho.

Tabela 16: Comparação entre os valores de retração linear de queima obtidos neste trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak.

Retração linear de queima (%)		
Composição (%)	Phonphuak (900°C)	Vasconcellos (950 °C)
0,0	3,45	0,47
2,5	3,18	0,52
5,0	4,27	0,69
10,0	5,24	0,84

Observa-se que existe uma diferença significativa na ordem de grandeza dos valores obtidos nos dois trabalhos. Tais diferenças de valores podem ser explicadas pela ação conjunta de diversos fatores tais como:

- Tipo da argila: A composição química e relação quantitativa entre seus componentes afetam diretamente as propriedades das argilas. Assim, evidentemente, é de se esperar que argilas distintas com composições químicas distintas devam apresentar propriedades distintas. Estas diferenças de propriedades na argila induzem diferenças de propriedades no produto final;
- Geometria da peça produzida: No trabalho realizado por Phonphuak, os corpos de prova produzidos foram retangulares e com dimensões de 5,0 cm x 9,5 cm x 3 cm, enquanto que no presente trabalho, os corpos de prova produzidos foram cilíndricos com 2,5 cm de diâmetro e 0,8 cm de altura. A diferença geométrica certamente influi na retração linear;
- Condições de prensagem;
- Temperatura de queima.

4.5.3: Densidade bulk

Na Tabela 17 são apresentados os valores da densidade *bulk* das peças de cerâmica vermelha queimadas a 950 °C em função da concentração do resíduo borra de café.

Tabela 17: Valores da densidade *bulk* das peças produzidas em função da concentração de resíduo borra de café.

Composição (%)	Densidade <i>bulk</i> (g.cm ⁻³)	Desvio padrão
0,00	1,75	0,02
1,25	1,73	0,01
2,50	1,68	0,02
5,00	1,63	0,02
10,00	1,48	0,02

Na Figura 27 a relação entre a densidade *bulk* e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

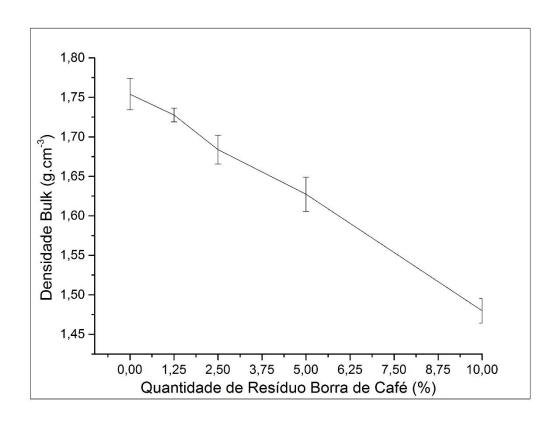


Figura 27: Densidade *bulk* (g.cm⁻³) versus quantidade de resíduo borra de café (%) nas peças queimadas.

A análise dos valores obtidos mostra que à medida que aumentou a concentração do resíduo borra de café, a densidade *bulk* das peças diminuiu. Constatou-se que os corpos cerâmicos que não tiveram resíduo incorporado foram os que apresentaram maior densidade *bulk* (1,75 g.cm⁻³), enquanto que os corpos cerâmicos nos quais foi incorporada a maior quantidade de resíduo borra de café (10 % em massa) foram os que apresentaram a menor densidade *bulk* (1,48 g.cm⁻³). Tal comportamento ocorreu devido à eliminação do resíduo durante a queima, deixando assim poros na microestrutura das peças. Esses vazios contribuem diretamente para a redução da densidade *bulk* dos corpos cerâmicos.

Phonphuak (2013) também avaliou o efeito da incorporação de resíduo borra de café em argila na densidade *bulk* das peças cerâmicas. Estes valores estão apresentados na Tabela 18, sendo feita uma comparação com os resultados obtidos no presente trabalho.

Tabela 18: Comparação entre os valores de densidade *bulk* obtidos neste trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak.

Densidade <i>bulk</i> (g.cm ⁻³)			
Composição (%)	Phonphuak (900 °C)	Vasconcellos (950 °C)	
0,0	1,50	1,75	
2,5	1,46	1,68	
5,0	1,41	1,63	
10,0	1,33	1,48	

Observa-se que os valores de densidade *bulk* obtidos por Phonphuak foram bem próximos àqueles obtidos no presente trabalho. Nota-se também que, em ambos os trabalhos, o comportamento da densidade *bulk* em função da concentração segue um padrão aproximadamente linear decrescente.

4.5.4: Absorção de água

Na Tabela 19 são apresentados os valores da absorção de água das peças produzidas após a queima em função da concentração do resíduo borra de café.

Tabela 19: Valores da absorção de água das peças produzidas em função da concentração de resíduo borra de café.

Composição (%)	Absorção de água (%)	Desvio padrão
0,00	19,01	1,02
1,25	20,30	0,63
2,50	21,19	0,60
5,00	22,89	1,04
10,00	28,25	0,86

Na Figura 28 a relação entre a absorção de água e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

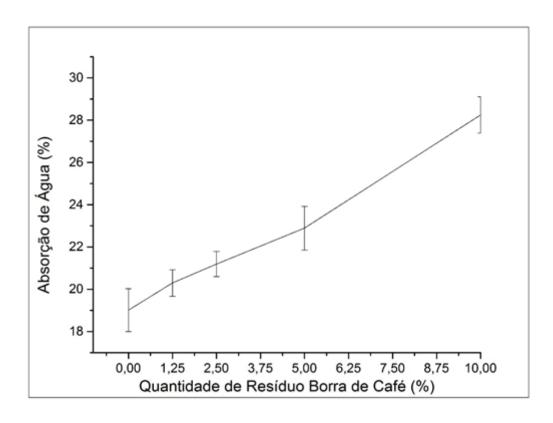


Figura 28: Absorção de água (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%) das peças queimadas.

A análise dos valores obtidos mostra que à medida que a concentração de resíduo borra de café aumentou, a absorção de água das peças aumentou. Constatou-se que os corpos cerâmicos que não levaram adição do resíduo foram os que tiveram menor absorção de água (19,01 %), enquanto que os corpos de prova nos quais foi incorporada a maior quantidade de resíduo (10 %) foram os que tiveram maior absorção de água (28,25 %).

Esses dados ilustram que a incorporação de resíduo borra de café na massa argilosa industrial fez com que estes corpos absorvessem uma maior quantidade de água. Isto pode ser justificado, pois durante a queima, o resíduo constituído essencialmente de matéria orgânica é decomposto e volatilizado, deixando porosidade aberta na microestrutura da matriz argilosa queimada.

Segundo a norma ABNT NBR 15270 / 2005, onde se preveem índices de absorção de água para tijolos cerâmicos entre 8 e 22 %, observa-se que apenas os corpos cerâmicos incorporados com resíduo borra de café em até 2,5 % em massa satisfazem a este requisito da norma.

Phonphuak (2013) também avaliou o efeito da incorporação de resíduo borra de café em argila na absorção de água das peças cerâmicas. Na Tabela 20 é estabelecida uma comparação entre os resultados de absorção de água obtidos por Phonphuak e os valores obtidos no presente trabalho.

Tabela 20: Comparação entre os valores da absorção de água obtidos neste trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak.

	Absorção de água (%)	
Composição (%)	Phonphuak (900 °C)	Vasconcellos (950 °C)
0,0	19,16	19,01
2,5	22,40	21,19
5,0	25,00	22,89
10,0	29,84	28,25

Observa-se que os valores de absorção de água obtidos por Phonphuak foram valores bem próximos àqueles obtidos no presente trabalho. Observa-se também que em ambos os trabalhos, o comportamento da absorção de água em função da concentração segue um padrão aproximadamente linear crescente.

4.5.5: Porosidade aparente

Na Tabela 21 são apresentados os valores da porosidade aparente das peças produzidas após a queima em função da concentração do resíduo borra de café.

Tabela 21: Valores da porosidade aparente das peças produzidas em função da concentração de resíduo borra de café.

Composição (%)	Porosidade aparente (%)	Desvio padrão
0,00	37,05	3,01
1,25	35,90	0,48
2,50	36,08	0,86
5,00	41,30	5,42
10,00	42,10	2,76

Na Figura 29 a relação entre a porosidade aparente e a quantidade de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

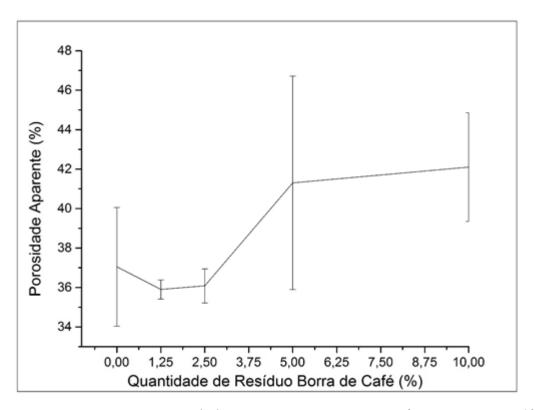


Figura 29: Porosidade aparente (%) versus quantidade de resíduo borra de café (%) das peças queimadas.

A análise gráfica mostra que a incorporação de resíduo em até 5,0 % não altera o valor da porosidade aparente dos corpos cerâmicos, pois, embora os valores médios sejam distintos, todos os quatro valores se encontram praticamente dentro da margem de erro prevista pelo desvio padrão. Para os corpos de prova com resíduo incorporado em teores a partir de 5 % em massa, entretanto, percebeu-se um aumento na porosidade aparente. Assim sendo, os corpos cerâmicos que obtiveram a maior porosidade aparente foram aqueles cujo teor de resíduo incorporado foi de 10 %, apresentando uma porosidade aparente de 42,10 %.

Essa tendência é mais uma das evidências de que o resíduo foi eliminado durante o processo de sinterização, deixando assim regiões de porosidades nos corpos de prova.

Phonphuak (2013) também avaliou o efeito da incorporação de resíduo borra de café em argila na porosidade aparente da massa cerâmica sinterizada. Na Tabela 22 é estabelecida uma comparação entre os resultados da porosidade aparente obtidos por Phonphuak e os valores obtidos no presente trabalho.

Tabela 22: Comparação entre os valores da porosidade aparente obtidos neste trabalho e aqueles obtidos por Phonphuak.

	Porosidade aparente (%)
Composição (%)	Phonphuak (900°C)	Vasconcellos (950 °C)
0,0	29,16	37,05
2,5	33,42	36,08
5,0	34,40	41,30
10,0	37,61	42,10

Observa-se que os valores de porosidade aparente obtidos por Phonphuak foram valores bem próximos àqueles obtidos no presente trabalho. Observa-se também que em ambos os trabalhos, houve uma tendência geral da porosidade aparente dos corpos cerâmicos aumentar à medida que o teor de resíduo incorporado aumentava.

4.5.6: Resistência à tração

Na Tabela 23 são apresentados os valores da resistência à tração obtida pelo método da compressão diametral das peças produzidas após a queima em função da concentração do resíduo borra de café.

Tabela 23: Valores da resistência à tração das peças produzidas em função da concentração de resíduo borra de café.

-	Composição (%)	Resistência à tração (kPa)	Desvio padrão
-	0,00	1285,16	139,00
	1,25	1223,91	94,21
	2,50	936,78	115,34
	5,00	714,53	64,28
	10,00	489,91	60,20

Na Figura 30 a relação entre a resistência à tração e a concentração de resíduo borra de café é apresentada graficamente.

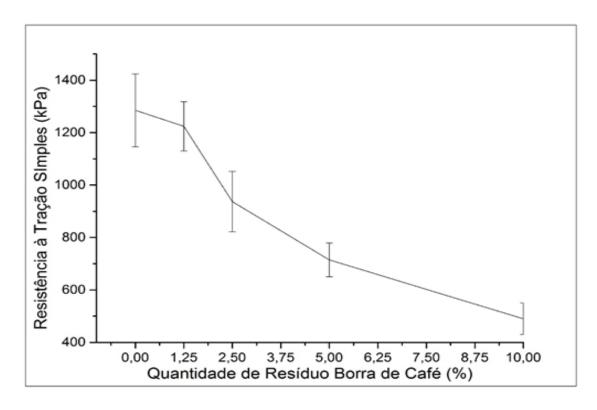


Figura 30: Resistência à tração (kPa) versus quantidade de resíduo borra de café (%) das peças queimadas.

A análise dos valores obtidos da resistência à tração mostra que à medida que a concentração de resíduo borra de café aumentou, a resistência à tração das peças diminuiu. Os resultados mostram que os corpos cerâmicos sem adição do resíduo foram os que tiveram a maior resistência à tração, $Rc_q = 1285,16$ kPa. Por outro lado, os corpos cerâmicos nos quais foi incorporado a maior quantidade de resíduo (10 %) foram os que tiveram a menor resistência à tração, $Rc_q = 489,91$ kPa.

O aumento da porosidade causado pela vaporização do resíduo incorporado fez com que a resistência mecânica do material estudado diminuísse. Isso se deve ao fato de que, à medida que a porosidade aumenta, o número de defeitos na microestrutura do material aumenta de maneira significativa. Estes defeitos na microestrutura se comportam como agentes concentradores de tensão, fazendo com que o material se rompa em tensões mais baixas.

4.6: Microestrutura

A fim de se conhecer a microestrutura dos corpos cerâmicos produzidos realizou-se o ensaio de microscopia eletrônica de varredura na superfície de fratura. Para realização do ensaio, foram selecionados corpos de prova com teores de 0 %00,

2,5 % e 10 %. Suas respectivas micrografias obtidas encontram-se nas Figuras 31, 32 e 33 respectivamente.

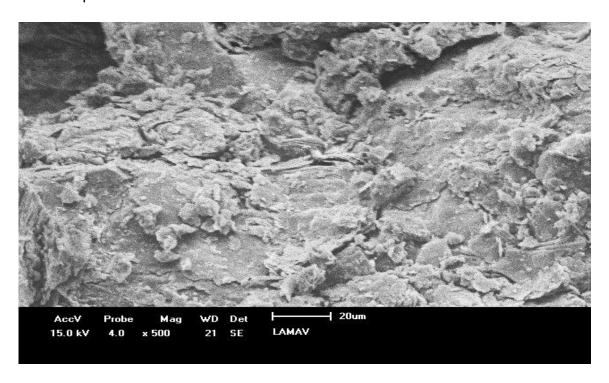


Figura 31: Superfície de fratura do corpo de prova sem incorporação de resíduo borra de café (500 vezes).

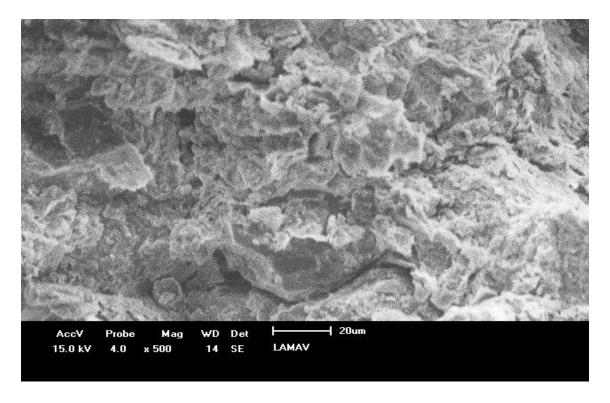


Figura 32: Superfície de fratura do corpo de prova incorporado com 2,5 % de resíduo borra de café (500 vezes).

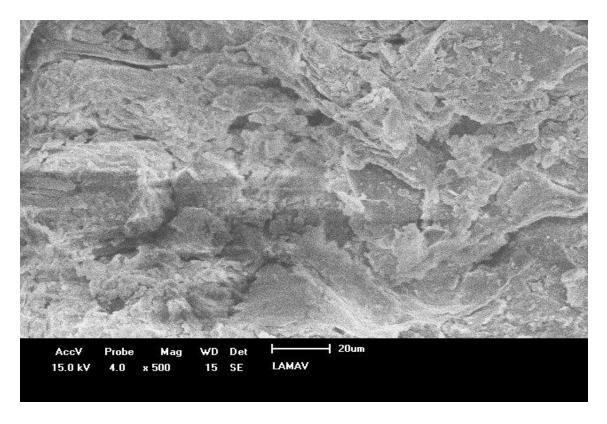


Figura 33: Superfície de fratura do corpo de prova incorporado com 10 % de resíduo borra de café (500 vezes).

As micrografias obtidas permitem observar que os corpos de prova que não sofreram incorporação de resíduo apresentaram uma concentração de poros menor que os corpos de prova que sofreram incorporação de resíduo em 10% em massa. Vê-se ainda que o corpo de prova com teor de resíduo de 2,5 % apresentou uma densidade de poros intermediária entre os extremos apresentados acima. O aumento da porosidade decorrente da incorporação do resíduo borra de café foi mais uma evidência de que o resíduo foi eliminado durante o processo de sinterização.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

Os resultados experimentais obtidos neste projeto de fim de curso e a discussão deles permitem extrair as seguintes conclusões:

- 1. O resíduo borra de café é quimicamente composto principalmente de óxido de potássio (K₂O) com 50,04 % em massa, óxido de cálcio (CaO) com 26,32 % em massa e óxido de ferro III (Fe₂O₃) com 15,16 % em massa. Análise química também indicou que a perda ao fogo do resíduo foi de 97,04 %. Análise por difração de raios X indicou que o resíduo borra de café apresenta-se como um material amorfo.
- 2. A massa argilosa industrial é quimicamente composta principalmente de óxidos de silício (SiO₂) com 62,17 % em massa e óxido de alumínio (Al₂O₃) com 22,55 % em massa. Além disso, detectou-se a presença de óxido de ferro III (Fe₂O₃) com 3,14 % em massa. A presença de óxidos de ferro corrobora com fato dos corpos de cerâmicos terem adquiridos coloração avermelhada após o processo de sinterização. Análise química também indicou que a perda ao fogo da massa argilosa industrial foi de 8,82 %. A análise de difração de raios X indicou a presença na massa argilosa industrial dos seguintes minerais: caulinita, ilita, goethita, quartzo e gibsita com predominância da caulinita.
- 3. Análise térmica gravimétrica indicou que o resíduo borra de café apresenta alta perda de massa devido a sua decomposição durante o aquecimento. Constatou-se que 85,6 % da massa total do resíduo foi eliminada entre as temperaturas de 180 °C a 630 °C. Esta eliminação durante o ciclo de sinterização das peças cerâmicas deixa regiões de porosidade na microestrutura do material produzido. A formação de porosidade foi confirmada pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura.
- 4. O ensaio de dilatometria indicou que as peças cerâmicas sofreram retração durante o ciclo de sinterização e que o grau de retração aumentou à medida que o teor de resíduo incorporado aumentou. Tal fato pôde ser confirmado através do cálculo da retração linear de queima, do qual se concluiu que a

retração linear de queima dos corpos cerâmicos aumentou em até 79 % quando foram incorporados com resíduo borra de café em teores de até 10 % em massa.

- 5. Resultados experimentais mostraram que a densidade bulk diminuiu à medida que o teor de resíduo borra de café aumentou. Este comportamento era esperado, uma vez que à medida que se incorpora resíduo, a tendência é que mais porosas ficam as peças após a sinterização, reduzindo assim a densidade bulk. A incorporação do resíduo borra de café em teores de até 10 % em massa promoveu uma redução da densidade bulk das peças cerâmicas da ordem de até 15 %.
- 6. Constatou-se que a absorção de água dos corpos cerâmicos aumentou à medida que o teor de resíduo borra de café incorporado aumentou. Segunda a norma ABNT NBR 15270 / 2005, onde se preveem índices de absorção de água para tijolos cerâmicos entre 8 a 22 %, apenas os corpos cerâmicos incorporados com resíduo em teores de até 2,5 % em massa satisfizeram a este requisito da norma.
- 7. A formação de porosidade decorrente da decomposição do resíduo borra de café durante o ciclo de sinterização refletiu no aumento dos valores da porosidade aparente dos corpos cerâmicos produzidos. Constatou-se que a porosidade aparente aumentou em até aproximadamente 14 % quando se incorporou resíduo borra de café em teores de até 10 % em massa.
- 8. Resultados experimentais mostraram que a resistência à tração medida pelo método de tração indireta diminuiu à medida que o teor de resíduo borra de café aumentou. A resistência diminuiu em até 62 % quando os corpos cerâmicos sofreram a incorporação de resíduo borra de café em teores de até 10 % em peso.

Diante destas conclusões, pode-se afirmar que, no que se refere às propriedades tecnológicas, é viável a incorporação do resíduo borra de café na massa argilosa para produção de blocos cerâmicos. Constatou-se que o teor ideal de resíduo a ser

incorporado é de 2,5 % em massa, pois os corpos cerâmicos com esta composição apresentaram absorção de água dentro dos limites estabelecidos pela norma ABNT NBR 15270 / 2005.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Esse trabalho pode ser complementado em vários aspectos através de outros trabalhos que podem ser realizados futuramente. Seguem abaixo alguns exemplos:

- Avaliar o efeito da incorporação de resíduo borra de café em cerâmica vermelha nas propriedades térmicas e acústicas e avaliar a viabilidade do emprego destes tijolos como elemento de isolação ou semi-isolação térmica e acústica.
- Avaliar o efeito da incorporação de resíduo borra de café em cerâmica vermelha utilizando intervalos de concentração mais estreitos e produzindo um número maior de corpos de prova para cada composição no intuito de maximizar a precisão estatística dos resultados obtidos.
- Avaliar o efeito da temperatura de sinterização nas propriedades tecnológicas das peças cerâmicas incorporadas com resíduo borra de café com o intuito de encontrar a temperatura ótima de queima para obtenção de peças com propriedades tecnológicas melhores.
- Avaliar o efeito da incorporação do resíduo borra de café em corpos de prova com forma e dimensões semelhantes às de um bloco cerâmico estrutural e ensaiar o limite de resistência à compressão conforme a norma da ABNT NBR 15270/2005 com o intuito de verificar se os blocos cerâmicos incorporados com resíduo borra de café satisfazem os critérios exigidos pela norma ABNT NBR 15270/2005.
- Avaliar o efeito da granulometria do resíduo borra de café nas propriedades tecnológicas dos blocos cerâmicos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15270-2:
 Componentes cerâmicos. Parte 2: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural –
 Terminologia e requisitos. Rio de Janeiro, 11p. 2005
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15270-3:
 Componentes cerâmicos. Parte 3: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e vedação Métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 27p. 2005
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6502: Rochas e solos. Rio de Janeiro, 18p. 1995.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7170: Tijolo maciço cerâmico para alvenaria. Rio de Janeiro, 4p. 1983.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (ABCERAM). Informações técnicas
 Definição e Classificação. Disponível em: http://abceram.org.br/definicao-e-classificacao/. Acesso em: 8 de agosto de 2017.
- ALMEIDA, G.C.P. Caracterização Física e Classificação dos Solos. Notas de aula,
 145p. 2005.
- AMARAL, M.C. Avaliação da incorporação de resíduo de cinzas de bagaço de cana-de-açúcar em tijolo solo-cimento. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF. Campos dos Goytacazes. 85p. 2014.
- CALLISTER. W.D., RETHWISCH, D.G. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 8° ed. Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos Editora. 817p 2012.

- CARLOS, M.O, GARCIA, J.R, OLIVEIRA, J.R, SALOMÃO, R., PANDOLFELLI
 V.C. Heterocoagulação como técnica para obtenção de cerâmicas porosas. 49°
 Congresso Brasileiro de Cerâmica. 12p. 2005.
- Coffee. In Encyclopedia Britannica. 2017. Disponível em:
 https://www.britannica.com/topic/coffee>. Acesso em: 12 de agosto de 2017.
- FALCÃO BAUER, L. A. Materiais de Construção: Volume 2. 5° ed. Rio de Janeiro.
 Livros Técnicos e Científicos Editora, 538.p. 2009.
- FERNANDES, A.S., MELLO, F.V.C., THODE FILHO, S. CARPES, E.M., HONÓRIO, J.G., MARQUES, M.R.C., FELZENSWALB, I., FERRAZ, E.R.A.
 Impacts of discarded coffee waste on human environmental health. Ecotoxicology and Environmental Safety. Vol 141, p.30 - 36. 2017.
- FONSECA, M.H., BARBOSA, M.P.S., VILAR, Z.T., LUCENA JUNIOR, U.P, LOBO, C.J.S. Estudo da influência da porosidade em materiais cerâmicos. 22°
 CBECimat Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. p.1341
 1352, 2016.
- FRANCA, A.S, OLIVEIRA, L.S. Coffee processing solid waste: current uses and future perspectives. Agricultural Wastes, p. 155 - 189. 2009.
- GASPARETO. M.G.T., TEIXEIRA, S.R. Utilização de resíduo de construção civil e demolição (RCD) como material não plástico para a produção de tijolos cerâmicos. Cerâmica Industrial, Vol 22, p.40 - 45. 2017.
- GODINHO, K.O. Incorporação de resíduos de vidro em cerâmica vermelha.
 Dissertação de mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense UENF.
 Campos dos Goytacazes. 102p. 2004.
- KADIR. A. A., HINTA, H., SARANI, N.A. The utilization of coffee waste into fired clay brick. ARPN Journal of Enginnering and Applied Sciences, Vol 10, p.6289 -6292, 2015.

- MONTEIRO, S. N., VIEIRA, C.M.F. On the production of fired clay bricks from waste materials: A critical update. Construction and Building Materials. Vol 68, p.599 - 610. 2014.
- PHONPHUAK, N. Effects of organic residues on physical and mechanical properties on fired clay brick. Proceeding - Science and Engineering p.479 - 485.
 2013.
- PORTELA. M.O.B., GOMES, J.M.A. Os danos ambientais resultantes da extração de argila no bairro Olarias em Teresina – Pl. II Jornada Internacional de Políticas Públicas. 7p. 2005.
- RAMOS, I.S., ALVES, M.G, ALEXANDRE, J. Diagnóstico do polo cerâmico de
 Campos dos Goytacazes RJ. Cerâmica Industrial. Vol 11, p.28 32. 2006.
- RODRIGUES, L.P. Incorporação de resíduo de estação de tratamento de água de Campos dos Goytacazes em corpos cimentícios para uso em tijolo solo-Cimento.
 Dissertação de mestrado. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF.
 Campos dos Goytacazes. 89p. 2012.
- SANTOS, P. S. Ciência e Tecnologia de Argilas: Volume 1. 2° ed. Rio de Janeiro.
 Ed. Edgard Blücher Ltda, 1989.
- SANTOS, C.V.P., SILVA, A.R., FILHO, M.A.S.G., FAGURY, E.N., RABELO, A.A.
 Índice de plasticidade e análise racional de argilas de Marabá (PA) para avaliação das zonas de extrusão. Cerâmica Industrial, Vol 17. p.25 27. 2012.
- SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIO ÀS MICRO E PEQUENAS EMPRESAS
 (SEBRAE). Construção civil. Boletim de Inteligência: Dezembro | 2015. 5p. 2015.
- SILVA, A.A. Estudo de argilas organofílicas destinadas à separação óleo / água.
 Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Campina Grande UFPB,
 137p. 2005.

- SILVA. A.G.P. Capítulo VII: Porosidade e densidade de materiais cerâmicos.
 Notas de aula. p.173 178. 2015.
- SOCCOL, C.R. Resíduo de café: um substrato promissor para a produção industrial de bioprodutos com alto valor agregado. I Simpósio de pesquisa dos cafés do Brasil. p.83 - 98. 2000.
- ZHANG, L. Production of bricks from waste materials A review. Construction and Building Materials. Vol 47 p.643 - 655. 2013.

ANEXOS

Seguem nas Figuras 33 a 37 as fichas ICDD-JCPDS de difração de raios X utilizadas para comparação no presente trabalho

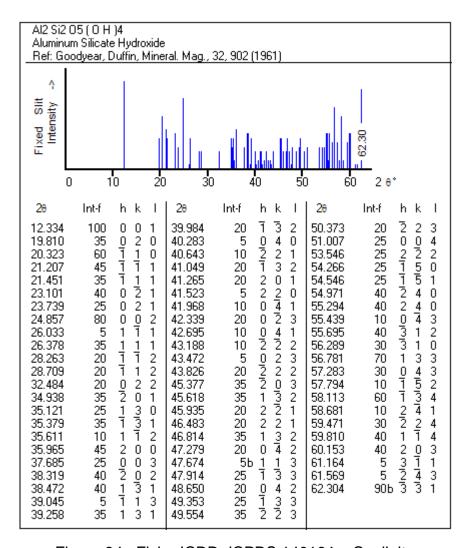


Figura 34: Ficha ICDD-JCPDS 140164 – Caulinita

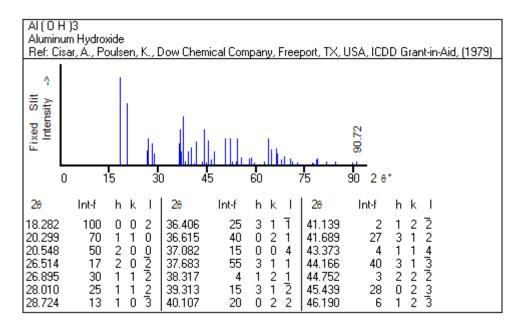


Figura 35: Ficha ICDD-JCPDS 330018 - Gibsita.

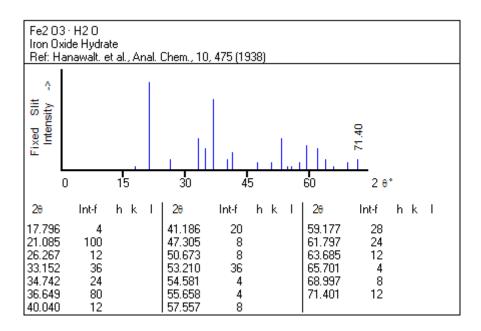


Figura 36: Ficha ICDD-JCPDS 010401 - Goethita.

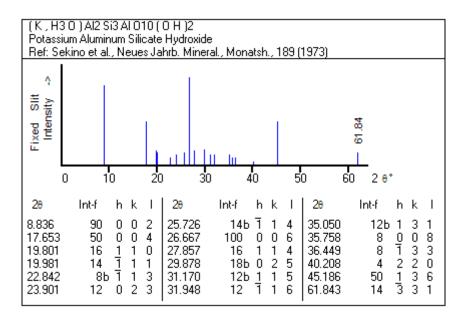


Figura 37: Ficha ICDD-JCPDS 260911 - Ilita.

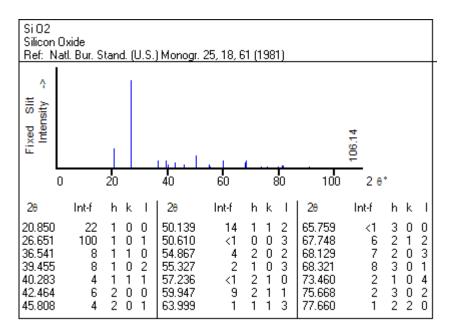


Figura 38: Ficha ICDD-JCPDS 331161 – Quartzo.