



**CAMPUS ALEGRETE  
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**EFEITO DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE  
SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
TERMOMECÂNICAS DE CERÂMICAS REFRÁTARIAS  
FABRICADAS COM CINZA DA CASCA DE ARROZ**

**GUILHERME ROCHA DA SILVEIRA**

**ALEGRETE**

**2022**

**EFEITO DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE  
SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
TERMOMÊCANICAS DE CERÂMICAS REFRÁTARIAS  
FABRICADAS COM CINZA DA CASCA DE ARROZ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao  
Curso de Engenharia Mecânica da Universidade  
Federal do Pampa, como requisito parcial para  
obtenção do Título de Bacharel em Engenharia  
Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antônio Durlo Tier

**ALEGRETE**

**2022**

**GUILHERME ROCHA DA SILVEIRA**

**EFEITO DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO  
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TERMOMECÂNICAS DE  
CERÂMICAS REFRAATÁRIAS DERIVADAS DA CINZA DA CASCA  
DE ARROZ**

Monografia apresentada ao Curso de  
Engenharia Mecânica da Universidade Federal  
do Pampa, como requisito parcial para obtenção  
do Título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

Dissertação defendida e aprovada em: 07, Fevereiro de 2022.

Banca examinadora:

---

Prof. Dr. Marco Antônio Durlo Tier  
Orientador  
Unipampa

---

Prof. Msc. Debora Bretas  
VG Educacional

---

Prof. Dr. Naiane Stochero  
Centro universitário Leonardo da Vinci

---

Prof. Msc. Charles Cenci  
Universidade de Coimbra



Assinado eletronicamente por **Naiane Paiva Stochero, Usuário Externo**, em 27/03/2022, às 14:49, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **Charles Severo Cenci, Usuário Externo**, em 29/03/2022, às 09:43, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **Débora Bretas Silva, Usuário Externo**, em 29/03/2022, às 14:28, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **MARCO ANTONIO DURLO TIER, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 11/08/2022, às 15:44, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0761843** e o código CRC **B7B3D70A**.

## RESUMO

A crescente demanda pelo reaproveitamento de resíduos industriais e agroindustriais com o objetivo de ampliar o potencial econômico e diminuir o impacto ambiental tem impulsionado o desenvolvimento de pesquisas para o aproveitamento da cinza da casca de arroz. Pesquisas recentes têm aplicado esse resíduo para a melhora de propriedades mecânicas e termomecânicas de materiais cerâmicos refratários, tendo sido obtido um aprimoramento em propriedades como a resistência à flexão e resistência à compressão. Contudo, observou-se a redução da resistência ao choque térmico, uma propriedade importante para materiais cerâmicos refratários. Neste contexto, é possível utilizar uma argila com maior teor de alumina visando à formação de mulita, um composto que apresenta boas propriedades mecânicas e térmicas. Deste modo, este trabalho tem como objetivo principal estudar o efeito da temperatura final de sinterização e do tempo de permanência nas propriedades mecânicas e termomecânicas de materiais cerâmicos refratários fabricados com argila aluminosa e cinza da casca de arroz. Foram preparadas misturas com 80% de argila aluminosa em 20% de cinza da casca de arroz em peso. As amostras foram prensadas a 42,5 MPa, secas e sinterizadas em 1000 °C, 1100 °C ou 1200 °C em tempos de permanência de 1h ou 3h. Foram realizados ensaios de porosidade, resistência à flexão em três pontos, resistência à compressão, choque térmico e difração de raios-X. O aumento do tempo e da temperatura de queima resultou na diminuição da porosidade, aumento da resistência à flexão em três pontos (com exceção da amostra sinterizada em 1200 °C por 3h), aumento da resistência a compressão (com exceção das amostras sinterizadas em 1200) e aumento do número de ciclos do ensaio de choque térmico. As fase cristalinas encontradas nas amostras sintetizadas em 1000 °C foram corundum, quartzoe mulita. A partir da sinterização em 1100 °C os picos associados com o quartzo não foram mais observados, quando então se detectou picos associados com a cristobalita. A melhora na resistência a compressão, resistência a flexão e resistência ao choque térmico pode ser associada com a redução da porosidade, desaparecimento do quartzo e a formação da cristobalita.

Palavras-chave: cinza da casca de arroz; materiais cerâmicos refratários; sinterização; resistência ao choque térmico.

## ABSTRACT

The growing demand for the reuse of industrial and agro-industrial residues in order to increase an economic potential and reduce environmental impact has driven the development of research to use rice husk ash. Recent researches have added this residue to improve the mechanical and thermomechanical properties of refractory ceramic materials, with an added improvement in properties such as resistance to compressive strength. However, a reduction in thermal shock resistance was observed, an important property for refractory ceramic materials. In this context it is possible to use a clay with a higher content of alumina to form mullite, a compound that has good mechanical and thermal properties. The main objective of this work is to study the effect of the final sintering temperature and permanent time on the mechanical and thermomechanical properties of refractory ceramic materials made with aluminous clay and rice husk ash. Mixtures were prepared with 80% aluminous clay and 20% rice husk ash. The cream was pressed at 42.5 MPa, dried and sintered at 1000°C, 1100°C or 1200°C in times of 1h or 3h. The tests of porosity, flexural strength at three points, compressive strength, thermal shock and X-Ray Diffraction were performed. The increase in firing time and temperature resulted in decreased porosity, increased flexural strength at three points, with the exception of the sample sintered at 1200°C for 3h, increase in compressive strength until the sample sintered at 1100°C for 3h and increase in the number of cycles of the thermal shock test. The predominant crystalline phases were corundum, mullite and the quartz found at temperature of 1000°C had its crystal structure altered and turned into cristobalite from 1100°C.

Keywords: rice husk ash; refractory ceramic materials; sintering; thermal shock resistance.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Casca de arroz. ....	13
Figura 2: Formas de aproveitamento energético para a casca de arroz. ....	13
Figura 3: Processos Termoquímicos para a casca de arroz.....	15
Figura 4: Diagrama do sistema sílica-alumina.....	21
Figura 5: Célula unitária da cristobalita. ....	22
Figura 6: célula unitária da mulita. ....	23
Figura 7: Metodologia empregada na pesquisa. ....	27
Figura 8: Estufa utilizada para secagem. ....	29
Figura 9: Misturador. ....	29
Figura 10: Matriz macho-fêmea.....	30
Figura 11: Prensa EMIC .....	30
Figura 12: Forno mufla INTC utilizado.....	31
Figura 13: curva de aquecimento dos CPs.....	31
Figura 14: Corpos de prova armazenados em estufa. ....	32
Figura 15: Dimensões do corpo de prova de compressão em mm. ....	33
Figura 16: Prensa EMIC utilizada para os ensaios de compressão.....	33
Figura 17: Máquina de ensaio Shimadzu.....	34
Figura 18: Tanque de resfriamento. ....	35
Figura 19: Amostras após o processo de sinterização. ....	36
Figura 20: Resultados - Porosidade Aparente.....	37
Figura 21: Resultados - resistência à compressão.....	39
Figura 22: Resultados - Resistência a Flexão em três pontos. ....	40
Figura 23: CPs rompidos durante os ensaios de flexão. ....	41
Figura 24: CPs 1200-3h rompidos durante o ensaio de flexão. ....	41
Figura 25: CPs rompidos após o ensaio de choque térmico. ....	43
Figura 26: DRX.....	45
Figura 27: Tabela do Teste de Tukey. ....	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Os dez municípios com a maior produção de arroz no RS. ....	12
Tabela 2: Transformações ocorridas durante a sinterização. ....	20
Tabela 3: Resistência à flexão em três pontos. ....	24
Tabela 4: Composição química da argila aluminosa. ....	28
Tabela 5: Composição química da cinza da casca de arroz. ....	28
Tabela 6: Nomenclatura dos corpos de prova. ....	29
Tabela 7: Resultados do ensaio de porosidade aparente. ....	37
Tabela 8: Resultados do Teste de Tukey – Efeito da temperatura na Porosidade Aparente. ....	37
Tabela 9: Resultados do Teste de Tukey Efeito do tempo de permanência na Porosidade Aparente. ....	38
Tabela 10: Resultados do ensaio de resistência à compressão. ....	38
Tabela 11: Resultados teste de Tukey – efeito da temperatura na resistência à compressão. ....	39
Tabela 12: Resultados teste de Tukey – efeito do tempo de permanência na resistência à compressão. ....	39
Tabela 13: Resultados - resistência a flexão em três pontos. ....	40
Tabela 14: Resultados teste de Tukey: efeito da temperatura na resistência a flexão em três pontos. ....	41
Tabela 15: Resultados teste de Tukey: efeito do tempo de permanência na resistência a flexão em três pontos. ....	42
Tabela 16: Resultados do ensaio de RCT. ....	43
Tabela 17: Resultados de Porosidade Aparente. ....	55
Tabela 18: Dados obtidos para os ensaios de resistência a flexão em três pontos... ..	56
Tabela 19: Dados obtidos para os ensaios de resistência a compressão. ....	57
Tabela 20: Resultados teste de ANOVA - porosidade. ....	59
Tabela 21: Resultados teste de ANOVA - compressão. ....	59
Tabela 22: Resultados teste de ANOVA - Flexão. ....	59



## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

% - Porcentagem

$\text{Al}_2\text{O}_3$  - Alumina

CA - Casca de Arroz

CCA - Cinza da Casca de Arroz

cm - Centímetros

CO - monóxido de carbono

CPs - corpos de prova

Fig - Figura

g - gramas

IRGA - Instituto Rio Grandense do Arroz

kg - Quilograma

mm - Milímetros

mm/ mim - milímetros por minuto

MPa - Megapascal

N - newton

PA - Porosidade aparente

RCT - Resistência ao choque térmico

RS - Rio Grande do Sul

SCA - Sílica da Casca de Arroz

Si - Silício

SiC - carbeto de silício

$\text{SiO}_2$  - Sílica (Óxido de Silício)

ton - Tonelada

Va - volume aparente

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	9
1.1 Objetivos .....	10
1.1.1 Objetivo Geral.....	10
1.1.2 Objetivos Específicos.....	10
1.2 Estrutura do trabalho .....	11
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	12
2.1 Casca de Arroz .....	12
2.2 Cinza da casca de arroz.....	15
2.3 Cerâmicas Refratárias .....	16
2.3.1 Propriedades dos Materiais Cerâmicos Refratários .....	17
2.3.2 Produção de Cerâmicas Refratárias .....	18
2.3.2.1 Dosagem e Mistura .....	18
2.3.2.2 Conformação.....	18
2.3.2.3 Secagem .....	19
2.3.2.4 Sinterização.....	19
2.4 Argilas Sílico-Aluminosas, Cristobalita e Mulita.....	20
2.4.1 Argilas Sílico-Aluminosas .....	20
2.4.2 Cristobalita.....	21
2.4.3 Mulita.....	22
2.5 Estudos correlatos .....	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	27
3.1 Matérias-primas .....	27
3.1.1 Argila aluminosa.....	27
3.1.2 Cinza da casca de arroz.....	28
3.2. Produção das cerâmicas refratárias .....	28
3.2.1 Dosagem e mistura.....	29

3.2.2 Prensagem dos corpos de prova .....	29
3.2.3 Secagem e Sinterização.....	31
3.3 Ensaio Físicos, Mecânicos e Termomecânicos .....	32
3.3.1 Porosidade Aparente .....	32
3.3.2 Resistência à compressão.....	33
3.3.3 Resistência à flexão em três pontos .....	34
3.3.4 Resistência ao choque térmico.....	35
3.4 Difração de raio x (DRX) .....	35
4 RESULTADOS e DISCUSSÃO.....	36
4.1 Ensaio Físicos, Mecânicos e Térmicos.....	36
4.1.1 Porosidade Aparente .....	36
4.1.2 Resistência à Compressão.....	38
4.1.3 Resistência a Flexão em Três Pontos.....	40
4.1.4 Resistência ao Choque Térmico.....	42
4.2 Difração de Raios X (DRX).....	44
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	47
5.1 Conclusões .....	47
5.2 Sugestões de trabalhos futuros.....	48
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	49
APÊNDICE I: Resultados de Porosidade Aparente.....	55
APÊNDICE II: Resultados do ensaio de resistência a flexão em três pontos. ....	56
APÊNDICE III: Resultados dos ensaios de compressão. ....	57
APÊNDICE IV: Cálculos do teste de Tukey .....	58

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente existe uma grande demanda por parte de indústrias pelo reaproveitamento de resíduos industriais e agroindustriais. O reaproveitamento de resíduos é extremamente importante, pois, desta forma, é possível gerar valor aos seus subprodutos, diminuindo os custos de produção e contribuindo para minimizar os problemas ambientais.

O Brasil é o décimo maior produtor de arroz do mundo, tendo produzido na safra 2020/2021 10,94 milhões de toneladas (COELHO, 2021), sendo o estado do Rio Grande do Sul o maior produtor do país. Conforme dados do Instituto Rio Grandense do Arroz, o estado produziu 8,52 milhões na safra 2020/2021 (IRGA 2021). Vinte e três por cento em massa do produto corresponde a casca de arroz (CA) que possui poder calorífico de 16720 kJ/kg, sendo então, uma fonte alternativa de energia térmica.

Uma grande quantidade desta casca pode ser reaproveitada dentro da própria empresa de beneficiamento do arroz onde, a partir da sua combustão, é gerada energia térmica para a parboilização dos grãos (DELLA *et al.*, 2001). Como exemplo de indústrias que realizam esse processo é possível citar a Usina Termoelétrica São Borja, a Usina Termoelétrica CAAL e a Geradora de Energia Elétrica de Alegrete, do grupo Pilecco Nobre.

Como resíduo da combustão da CA é gerada a cinza da casca de arroz (CCA) que é rica em sílica, normalmente com teores superiores a 90% (DELLA *et al.*, 2001). A mesma pode ser aplicada em diversos ramos industriais como materiais poliméricos e cerâmicos.

As cerâmicas refratárias são materiais caracterizados por suportarem elevadas temperaturas por longos períodos de tempo sem que haja deterioração de suas propriedades (SAKO, PANDOLFELLI, 2014).

A possibilidade de adicionar CCA em materiais cerâmicos refratários vem sendo investigada nos últimos anos. Sobroza *et al.*, (2017) estudaram a substituição parcial da argila caulim pela CCA em percentuais de 5%, 10% e 20% e observaram uma melhora no empacotamento da mistura e nas propriedades mecânicas para adições de 10 e 20%, em especial a mistura com 20% de CCA. Contudo, para esta composição também foi observada uma diminuição da resistência ao choque térmico, o que motivou o presente trabalho.

Neste contexto a formação de mulita, um composto formado a partir da reação da sílica e da alumina em temperaturas superiores a 1200 °C, é interessante em função de suas propriedades mecânicas e termomecânicas.

Estudos têm sido realizados buscando a formação da mulita em temperaturas de sinterização mais baixas e sua influência nas propriedades mecânicas e termomecânicas de cerâmicas refratárias.

Figueiredo *et al.*, (2018) estudaram o efeito da composição e temperatura final de sinterização (1200°C, 1300°C e 1400°C) na fabricação de cerâmicas refratárias. A temperatura final de sinterização foi identificada como o principal parâmetro para melhorar as propriedades das amostras que apresentaram como fase majoritária a mulita.

Alweendo *et al.*, (2020) estudaram amostras de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiC variando a temperatura de sinterização (1300°C, 1400°C, 1500°C e 1600°C) e o tempo de permanência (1h e 2h.). Os resultados indicam uma melhora na dureza e resistência à fratura das amostras sinterizadas em temperaturas mais altas.

Nunes (2017) sugere o uso de argilas com maior concentração de alumina visando à formação de mulita e enfatiza a importância de se analisar sua formação em diferentes temperaturas com o objetivo de identificar a temperatura de sinterização que proporcione as melhores propriedades térmicas e mecânicas para cerâmicas refratárias.

Desta forma, este trabalho visa estudar o efeito da temperatura final de sinterização e do tempo de permanência nas propriedades físicas, mecânicas e termomecânicas de cerâmicos refratários fabricados a partir de um composto de argila aluminosa e cinza da casca de arroz.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo Geral**

Estudar o efeito da temperatura final de sinterização e do tempo de permanência nas propriedades físicas, mecânicas, termomecânicas e na microestrutura de cerâmicos refratários fabricados a partir de argila aluminosa e cinza da casca de arroz.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

Os objetivos específicos do trabalhos são apresentados a seguir:

- Fabricar corpos de prova (CPs) com teor de 20% de cinza da casca de arroz e 80% de argila aluminosa visando analisar o efeito da temperatura de sinterização e do tempo de permanência;
- Analisar a porosidade do material;
- Avaliar as propriedades mecânicas dos CPs através de ensaios de resistência a flexão em três pontos e resistência à compressão;
- Avaliar as propriedades termomecânicas dos CPs através do ensaio de resistência ao choque térmico.
- Analisar os parâmetros ótimos de processamento com o objetivo de identificar os melhores resultados em termos de propriedades mecânicas e termomecânicas das cerâmicas refratárias estudadas.
- Avaliar as fases presentes na microestrutura do material através do ensaio de difração de raios-X (DRX).

## **1.2 Estrutura do trabalho**

O trabalho está estruturado conforme descrito a seguir:

Capítulo 1. Introdução - apresenta a importância do tema, justifica a escolha do mesmo, traz os objetivos do trabalho e a estrutura do mesmo.

Capítulo 2. Revisão Bibliográfica - aborda os seguintes assuntos casca de arroz, cinza da casca de arroz, cerâmica refratária, produção de cerâmicas refratárias, argilas sílico-aluminosas, cristobaslita, mulita e estudos correlatos.

Capítulo 3. Metodologia - descreve a metodologia aplicada, os materiais, os métodos e as técnicas experimentais.

Capítulo 4. Resultados - são apresentados os resultados obtidos.

Capítulo 5. Discussões dos Resultados - são discutidos os principais resultados obtidos com base na literatura recente.

Capítulo 6. Considerações finais - são apresentadas as conclusões obtidas e sugestões para trabalhos futuros no sentido de ampliar a pesquisa realizada.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Casca de Arroz

A casca de arroz (CA) é o principal resíduo proveniente do processo de beneficiamento do arroz. Segundo dados do Instituto Rio Grandense do Arroz - IRGA, o estado do RS produziu 8,52 milhões de toneladas de arroz na safra 2020/2021. A Tabela 1 apresenta os dez municípios com maior produção no RS.

Tabela 1: Os dez municípios com a maior produção de arroz no RS.

<b>Município</b>	<b>Peso em toneladas</b>
<b>Uruguaiana</b>	732.205
<b>Santa Vitória do Palmar</b>	535.546
<b>Itaqui</b>	497.552
<b>Alegrete</b>	480.225
<b>Dom Pedrito</b>	339.334
<b>São Borja</b>	329.687
<b>Arroio Grande</b>	251.274
<b>Camaquã</b>	242.152
<b>Mostardas</b>	215.964
<b>Cachoeira do Sul</b>	190.356

Fonte: Irga, 2021.

A CA é um revestimento protetor formado durante o ciclo de crescimento do grão e apresenta baixa densidade e grande volume. É constituída de quatro camadas fibrosas, esponjosas ou celulares que possuem alto teor de sílica, da qual seus maiores constituintes são celulose (50%), lignina (30%) e resíduos inorgânicos (20%). Os resíduos inorgânicos contêm, em média, 95% a 98% em peso de sílica, na forma amorfa hidratada, perfazendo 13% a 29% do total da CA (POUEY, 2006).

A CA é um resíduo de biomassa vegetal com elevado poder calorífico. Assim, é possível utilizá-la na cogeração de energia, que pode então ser empregada para a produção de vapor utilizado na secagem e no processo de parboilização do arroz (MAYER, HOFFMAN, RUPPENTHAL, 2006).

A Figura 1 mostra a CA em sua forma natural após ser removida no beneficiamento do grão.

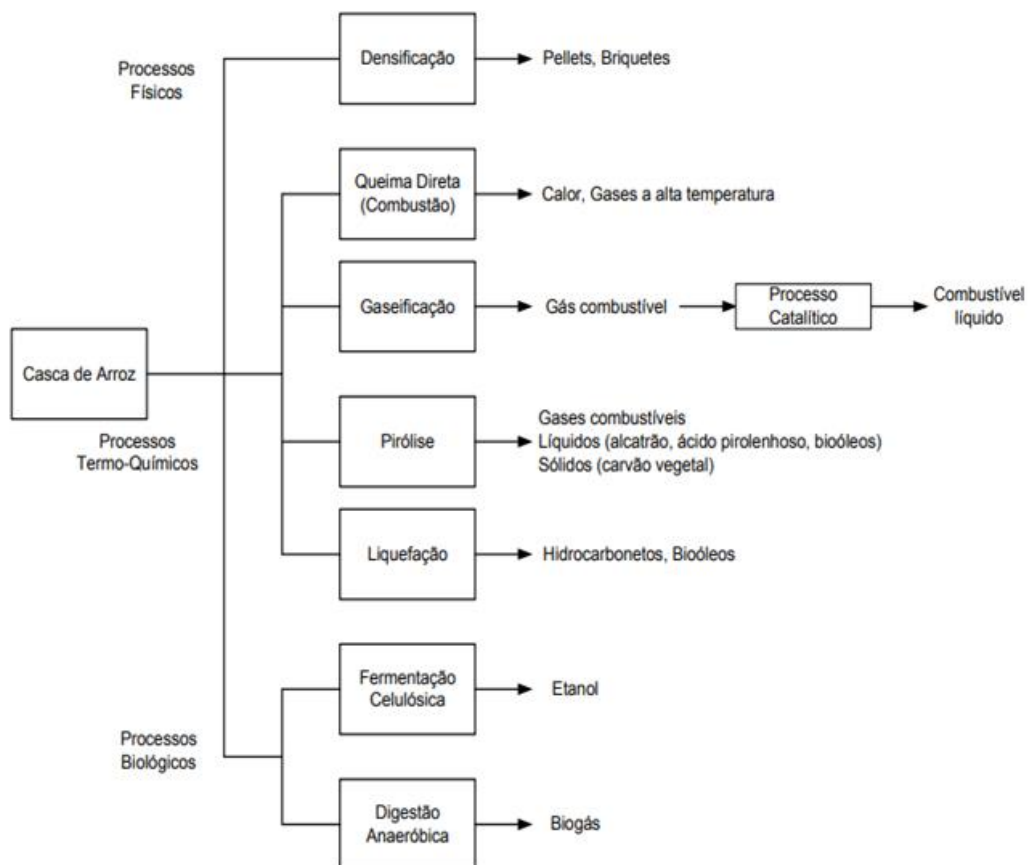
Os processos de reaproveitamento da CA podem ser divididos em três tipos: processos físicos, processos termoquímicos e processos biológicos, conforme ilustrados na Figura 2.

Figura 1: Casca de arroz.



Fonte: <https://pt.dreamstime.com/foto-de-stock-casca-do-arroz-image72573286>

Figura 2: Formas de aproveitamento energético para a casca de arroz.



Fonte: Mayer, Hoffman, Ruppenthal; 2006.



### **Processos Físicos**

A densificação é o principal processo físico para aproveitamento energético da CA ajudando a solucionar a questão da baixa densidade específica, o que possibilita seu armazenamento em ambientes cujas temperaturas estejam próximas da temperatura ambiente (MAYER et al, 2006).

A densificação ocorre pelo processo de briquetagem, consistindo em gerar elevadas pressões e temperaturas. Isto provoca a plastificação da lignina, que age como elemento aglomerante das partículas (MAYER, HOFFMAN, RUPPENTHAL; 2006).

Filippetto (2008) explica que o processo ocorre através do uso de uma prensa mecânica em uma massa de matéria-prima, onde este é transformada em um sólido cilíndrico e compacto. Para tal é necessária a presença de água, em torno de 8 a 15% de umidade.

### **Processos Biológicos**

Utilizam enzimas para metabolizar materiais orgânicos provocando reações químicas na casca de arroz. Contudo, este processo é economicamente inviável devido ao seu alto custo.

### **Processos Termoquímicos**

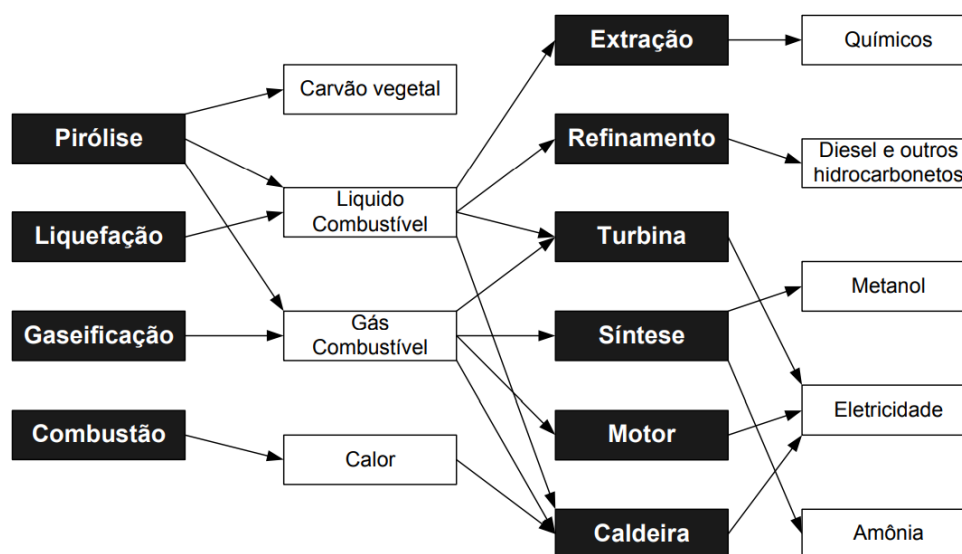
São processos caracterizados por temperaturas elevadas. A Figura 3 ilustra de forma esquemática os processos termoquímicos.

A queima pelo processo de combustão pode ser aproveitada para a secagem do arroz, através da produção de vapor. Também pode ser utilizado para geração de energia elétrica da seguinte forma: queima ou combustão do resíduo, geração de vapor, turbinagem do vapor e geração de eletricidade.

A gaseificação é a conversão da biomassa em um gás combustível, através da oxidação parcial em temperaturas elevadas. O gás produzido pode ser empregado na geração de calor ou potência mecânica.

A pirólise usa calor para a degradação da biomassa em combustíveis, para a produção de combustível líquido de alto rendimento, chamado bioóleo. Este pode ser usado como substituto de óleo combustível ou diesel em caldeiras, fornalhas, motores e turbinas.

Figura 3: Processos Termoquímicos para a casca de arroz.



Fonte: Mayer, Hoffman, Ruppenthal; 2006

A liquefação direta da biomassa é um tipo de hidrogenação na qual a matéria orgânica é misturada com um solvente em presença de um catalisador em alta pressão, normalmente monóxido de carbono (CO) com temperatura moderada obtendo-se um produto líquido, que pode ser utilizado como substitutivo dos hidrocarbonetos fósseis (MAYER, HOFFMAN, RUPPENTHAL; 2006).

## 2.2 Cinza da casca de arroz

A cinza da casca de arroz (CCA) é um subproduto originário da queima da CA com ou sem controle de temperatura (HOPPE, 2008). Após o processo de combustão, a CCA apresenta uma composição química com teor de sílica entre 74 e 97% (SILVA, 2004).

Conforme descrito por Della *et al.* (2001), aproximadamente 23% do total do arroz é convertido em CA e cerca de 4% em CCA.

Na safra de 2020/2021 foram produzidas 8,52 toneladas de arroz no RS, resultando em  $1,95 \times 10^6$  toneladas de CA residual. Se toda essa casca fosse queimada para geração de energia, teríamos a produção de  $3,2 \times 10^5$  toneladas de CCA.

Se for possível o total aproveitamento da CCA como matéria-prima em algum processo de fabricação, se fechará o ciclo da industrialização do arroz com resíduo zero, uma vez que a palha já é utilizada como adubo na própria lavoura, e a casca é queimada para geração de energia.

Segundo Fonseca (1999) a CCA possui as seguintes propriedades: baixa condutividade térmica, alta refratariedade, resistência a ataques químicos e variações térmicas. É amorfa quando queimada em temperaturas inferiores de 700 °C e cristalina quando queimada acima desta temperatura.

Conforme Folleto *et al.* (2005) a CCA possui diversas aplicações como:

a) Produção de carbetos de silício (SiC): como reforço para produção de cerâmicas resistentes e componentes de matrizes metálicas;

b) Produção de sílica pura: considerando que a CCA possui até 15% de seu peso em carbono, se aquecermos a mesma entre as temperaturas de 600 e 800 °C pode-se obter uma sílica de alta pureza, entre 99,5% e 99,66% de SiO<sub>2</sub>. (FOLLETO *et al.*, 2005).

c) Utilização como carga em polímeros: a CCA pode ser aplicada como reforço em compostos de borracha natural, substituindo outros materiais, melhorando propriedades mecânicas como tensão, dureza, alongamento e acréscimo de massa (FOLLETO *et al.*, 2005).

d) Produção de cimento e uso em concreto: a adição da CCA em blocos de cimento e concreto aumenta a durabilidade do concreto e reduz a porosidade, apesar de diminuir a resistência a compressão (HOFFMAN *et al.*, 2006).

e) Uso de CCA como adsorventes: pode ser usada como substituto do cianeto para a lixiviação do ouro.

f) Uso de CCA como suporte de catalisadores metálicos: utilizada como suporte para a preparação de catalisadores a base de níquel e de cobre para a reação de desidrogenação de etanol.

g) Produção de mulita: pode ser obtida a partir de rejeitos industriais de hidróxido de alumínio e CCA.

Além dessas aplicações, Tiwary (2017) reporta que diversas pesquisas vêm sendo realizadas nos últimos anos para aplicação da CCA em diferentes tipos de materiais, com o objetivo de gerar uma nova classe de compostos com melhores propriedades e que possam assim agregar valor a este resíduo.

### **2.3 Cerâmicas Refratárias**

Cerâmicas refratárias são compostos formados entre elementos metálicos e não metálicos, como por exemplo óxidos, nitretos e carbetos. Possuem como característica a resistência a altas temperaturas sem que ocorra a fusão de seus componentes, baixo

coeficiente de dilatação térmica e alta resistência à compressão, além de apresentaram bom isolamento térmico (CALLISTER, 2008).

Bustamante e Bressiani (2000) relatam que a abundância de matérias-primas naturais, fontes alternativas de energia e tecnologia disponíveis, impulsionaram o desenvolvimento da indústria de materiais cerâmicos no Brasil, atingindo nível de qualidade mundial com exportações.

Nesse sentido o Ministério de Minas e Energia faz a seguinte consideração sobre o consumo de refratários no Brasil:

*O consumo de refratários no Brasil está fortemente vinculado à indústria de metalurgia de metais, em especial a siderúrgica. No Brasil, o consumo total de refratários anual saiu de um patamar de 412 mil toneladas em 1998 para alcançar nível próximo a 500 mil em 2008. A redução do consumo específico de refratários é uma tendência nacional e internacional. Em 1985 eram necessários 20 kg de refratários para produzir uma tonelada de aço e hoje este indicador está abaixo de 10 kg, resultado do aprimoramento dos produtos e processos. Projeta-se que o consumo brasileiro de refratários deverá crescer 3,3% ao ano até 2028. Esta projeção foi construída com base na expectativa de crescimento da produção de aço e cimento no período, além do crescimento do PIB e da redução do consumo específico. (MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA, 2009)*

### 2.3.1 Propriedades dos Materiais Cerâmicos Refratários

As principais propriedades dos materiais cerâmicos refratários são:

- Densidade de massa aparente: relação entre a massa em kg e o volume que ela ocupa em  $\text{kg/m}^3$ . Conforme Duarte (2005) esta propriedade expressa uma medida indireta da capacidade de um refratário armazenar energia térmica. Também fornece informações sobre a resistência mecânica dos materiais, pois, quanto maior a densidade, menor o volume de vazios e, conseqüentemente, maior a resistência mecânica e maior a condutividade térmica.
- Porosidade: expressa a porcentagem do volume total vazio ou poroso do material. Conforme Callister (2008) a porosidade é uma variável que deve ser controlada, pois a resistência mecânica e a resistência à corrosão aumentam enquanto o isolamento térmico e a resistência ao choque térmico diminuem com a redução da porosidade.
- Resistência à flexão: É a tensão no momento da fratura do material. A norma NBR 5014 (ANBT, 2012) serve para determinar a resistência à tração

na flexão à temperatura ambiente e a NBR 9642 (ABNT, 2012) em elevadas temperaturas.

- Resistência à compressão: Segundo Nunes (2017) a resistência à compressão depende das características do molde, homogeneidade da estrutura e boa queima. Pode ser medida através da NBR 6224 (2001).
- Tenacidade: capacidade de um material em absorver energia. Cerâmicas refratárias apresentam em geral baixa tenacidade e sua melhora resulta em aumento da vida útil através da melhora da resistência ao surgimento de fissuras (BECHER, 1991).
- Refratariedade: capacidade do material de resistir a altas temperaturas sem se fundir completamente.
- Resistência ao choque térmico: Conforme Quintela *et al.* (2011) a geração de tensões térmicas provocam o crescimento de trincas que afetam o desempenho do material, durante o choque térmico. O ensaio é feito seguindo a NBR 13202 (2015).

### **2.3.2 Produção de Cerâmicas Refratárias**

O processo de produção de cerâmicas refratárias é dividido em quatro etapas: dosagem e mistura, conformação, secagem e sinterização, conforme descrito a seguir:

#### **2.3.2.1 Dosagem e Mistura**

A dosagem é o processo de separação e mistura dos componentes utilizados, de acordo com valores já pré-definidos.

#### **2.3.2.2 Conformação**

A conformação é a etapa do processamento que dá forma ao material. Os dois principais métodos são prensagem e extrusão (SOBROZA, 2014, pág. 34).

Na prensagem devem-se utilizar massas granuladas e com baixo teor de umidade. A massa é colocada num molde e, em seguida é comprimida em uma câmara fechada hermeticamente.

Na extrusão a massa é colocada numa extrusora para compactação.

### 2.3.2.3 Secagem

A secagem é realizada para retirar certo percentual de água que foi adicionado para auxiliar na operação de conformação (STOCHERO, 2015).

Em estágios iniciais da secagem, as partículas de argila estão envolvidas e separadas umas das outras por uma fina película de água. Na medida em que a secagem progride a água é removida e a separação entre as partículas diminui (CALLISTER, 2008, pág. 444).

A secagem das peças pode ser natural ou artificial. Na maioria das indústrias é utilizado o processo de secagem artificial em estufas com temperatura controlada (DUTRA, 2005).

Se a taxa de evaporação for maior que a de difusão de moléculas a superfície irá secar mais rapidamente do que o interior o que pode ocasionar trincas e rachaduras. Sugere-se então, que deve-se fazer o processo de secagem em etapas, evitando expor o corpo de prova a variações maiores do que 50 °C (ISAAC, 2004).

### 2.3.2.4 Sinterização

A sinterização influencia a formação das fases mineralógicas, o nível de porosidade, a dureza e a resistência mecânica, entre outras propriedades (VIEIRA, 2002).

Além da temperatura final, também é importante definir corretamente a velocidade em que esta temperatura será alcançada (taxa de aquecimento), o tempo de permanência na temperatura de queima assim como a taxa de resfriamento, pois a presença de trincas no material pode advir desta etapa (VIEIRA, 2002).

As transformações que ocorrem durante a sinterização para as cerâmicas refratárias são descritas na Tabela 2

A partir de 1000 °C ocorre o fenômeno de vitrificação, quando ocorre a formação gradual de um vidro líquido que flui para o interior e preenche parte do volume dos poros. Esse líquido fundido escoar através das partículas não fundidas preenchendo os poros devido a tensão superficial existente. Após o resfriamento o líquido fundido forma uma matriz vítrea que forma um corpo denso e resistente (CALLISTER, 2008).

Os requisitos básicos da curva de queima para um material específico são determinados a partir do comportamento durante o aquecimento, a permanência na temperatura máxima e o esfriamento, influenciando especialmente nas variações dilatométricas da peça cerâmica durante essas etapas (VIERA, pág. 24, 2002).

Tabela 2: Transformações ocorridas durante a sinterização.

<b>Temperatura</b>	<b>Transformações</b>
<b>Entre 100 °C e 200 °C</b>	Eliminação da água restante, ainda não eliminada da secagem da cerâmica;
<b>Entre 200 °C e 350 °C:</b>	Eliminação da água coloidal, que permanece mesmo após a secagem;
<b>Entre 350 °C e 650 °C:</b>	Combustão de materiais orgânicos e a dissociação de sulfatos; Eliminação da água sob forma de vapor;
<b>Entre 700 °C e 800 °C:</b>	A sílica e a alumina reagem com elementos fusíveis, reações que resultam na formação de sílico-aluminatos complexos;
<b>Entre 800 °C e 900 °C:</b>	Decomposição de carbonatos com liberação de CO <sub>2</sub> ;
<b>A partir de 1000 °C -----</b>	Sílico-aluminatos começam a amolecer e a se fundir, formando uma espécie de vidro que englobando as partículas menos fusíveis concedem ao corpo cerâmico elevada dureza.

Fonte: Ibañes e Sandoval (1996, pag 435).

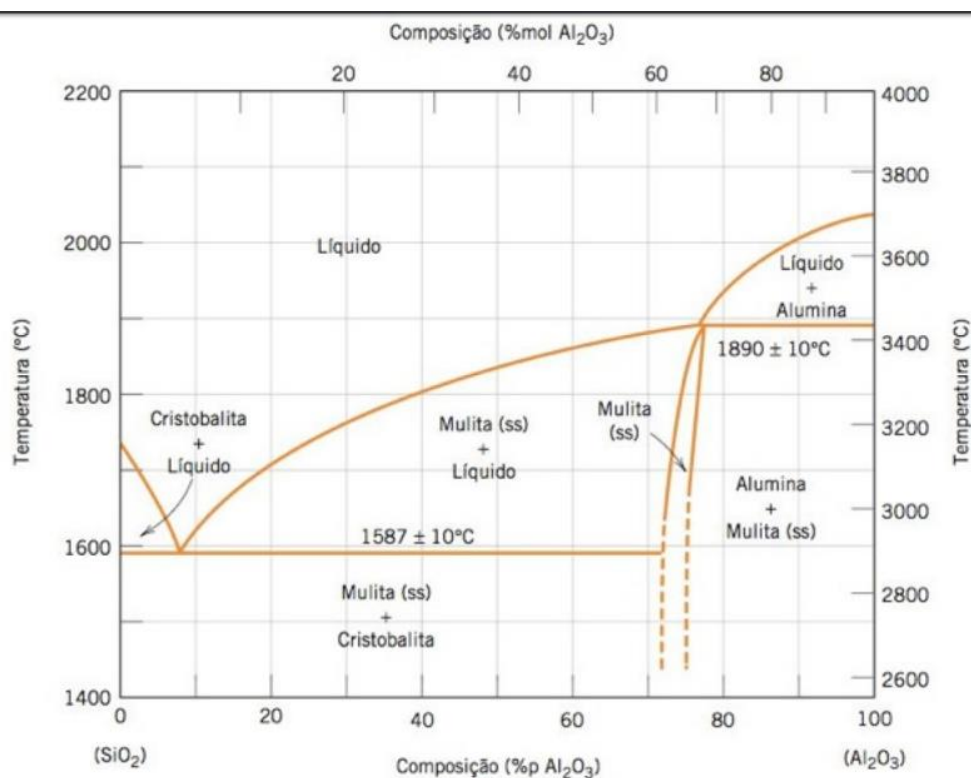
## **2.4 Argilas Sílico-Aluminosas, Cristobalita e Mulita**

### **2.4.1 Argilas Sílico-Aluminosas**

As argilas sílico-aluminosas são constituídas por alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e sílica (SiO<sub>2</sub>). Apresentam como impurezas óxidos à base de bário, cálcio, sódio, potássio, ferro e ainda alguns materiais orgânicos (CALLISTER, 2008). Apresentam uma condição chamada de hidroplasticidade, que é a capacidade de se tornarem muito plásticas quando adicionado água na mistura. Sua forma de comercialização mais comum são os tijolos refratários utilizados na indústria siderúrgica.

A Figura 4 ilustra o diagrama de fases do sistema sílica-alumina e indica as faixas de proporções nas quais a alumina e a sílica podem ser combinadas.

Figura 4: Diagrama do sistema sílica-alumina.



Fonte: Callister 2008.

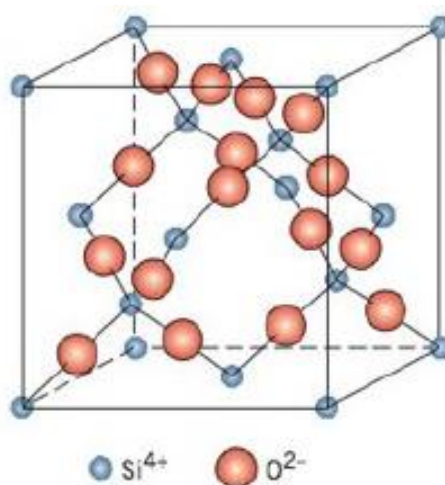
## 2.4.2 Cristobalita

A forma polimórfica da sílica estável em altas temperaturas é a cristobalita, que apresenta composição de 46,74% de Si e de 53,26% de O<sub>2</sub> em peso (CALLISTER, 2008). Seu campo de estabilidade ocorre a partir de 1470°C e permanece até a temperatura próxima de 1728 °C. A cristobalita apresenta baixo coeficiente de expansão térmica, baixa densidade, alto ponto de fusão e baixa condutividade térmica, a Figura 5 ilustra a célula unitária da cristobalita.

A cristobalita pode ser obtida a partir da sílica amorfa quando aquecida em altas temperaturas, Souza (2011) projetou um filtro cerâmico para tratamentos de efluentes de indústria têxtil a partir da diatomita e de CCA carbonizada. A diatomita foi misturada com CCA nas concentrações de 20%, 40%, 60% e 80% de CCA. As amostras foram sinterizadas a 1000 °C, 1200 °C e 1400 °C. O ensaio de DRX mostrou que as amostras apresentaram como estrutura predominante a cristobalita.



Figura 5: Célula unitária da cristobalita.



Fonte: Callister 2008.

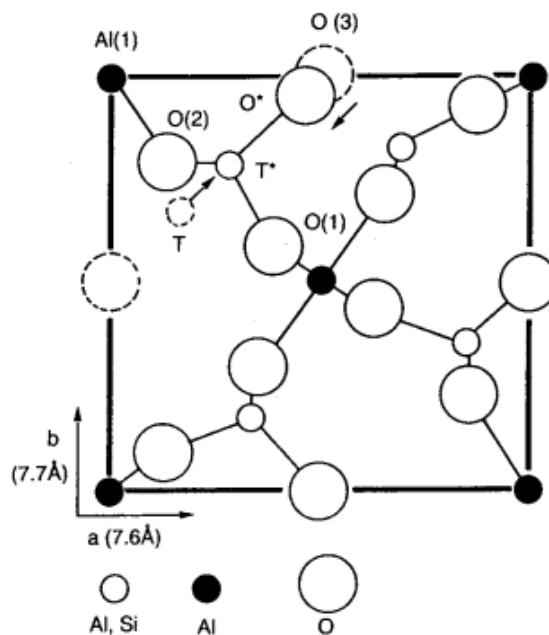
Gerotto *et al.* (2000) analisaram amostras de  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e microsilica sinterizadas a 1200 °C, 1300 °C, 1400 °C e 1500 °C submetidas a DRX. As amostras sinterizadas a 1200°C e 1300°C apresentaram os maiores picos de cristobalita, enquanto que as amostras submetidas a 1400 °C e 1500 °C apresentaram picos de cristobalita e mulita.

### 2.4.3 Mulita

Na Figura 4, se observa a presença de um composto chamado mulita formado a partir da reação da sílica e da alumina em temperaturas superiores a 1400°C correspondendo a única fase cristalina estável no sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>, sob pressão atmosférica. Encontram-se reportados na literatura duas composições estequiométricas típicas 2:1 (2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. SiO<sub>2</sub>) e 3:2 (3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2 SiO<sub>2</sub>) (SANTOS,2016). A estrutura cristalina da mulita é ortorrômbica, conforme ilustrado na Figura 6.

A mulita é importante para a indústria cerâmica devido as suas propriedades como baixo coeficiente de expansão, elevado ponto de fusão, baixa densidade, boa resistência ao choque térmico, baixa condutividade, alta resistência mecânica, boas propriedades ópticas e dielétricas e elevada resistência a ácidos, mas sua ocorrência é rara na natureza. Contudo, a mulita pode ser obtida pela reação de sinterização de misturas de pós Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub>, por técnica sol-gel, ou pela sinterização direta da mistura de pós Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub>.

Figura 6: célula unitária da mulita.



Fonte: Anggono, pág 7, 2005.

Stochero (2015) afirma que a alta concentração de alumina nas misturas de pós  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$  tem influência positiva no desempenho de materiais cerâmico refratários, pois quanto maior a adição de alumina maior é a temperatura para aparecer sua fase líquida.

Katsuki (2016) comparou mineralogicamente duas argilas, uma com alta e outra com baixa concentração de alumina, ambas sinterizadas nas temperaturas de 1200 °C, 1300 °C e 1400 °C. A argila com maior concentração de alumina foi a que a formou mais rapidamente a mulita a partir de 1100 °C e atingiu seu pico em 1300 °C.

Santos *et al.* (2006) estudaram as transformações de fases durante a sinterização de argilas aluminosas em microscopia eletrônica de transmissão, obtendo mulita a partir de 900°C, aumentando em teor e nas dimensões dos cristais de 900 °C até 1550 °C, e o teor de alumina decresce a partir de 1300 °C indicando haver interações entre as diversas fases especialmente entre sílica e alumina.

Serra *et al.* (2016) utilizaram a CCA como fonte de sílica para a fabricação de materiais refratários porosos sinterizados entre 1100 °C e 1600 °C, empregando uma mistura de alumina calcinada e CCA. Como resultado, obteve-se refratários com uma porosidade de 30% e formação de mulita entre 1500 °C e 1600 °C. Os ciclos térmicos mais longos acarretaram uma formação de maior quantidade de mulita, e sua formação

gerou uma maior expansão nas amostras em razão de sua densidade ser inferior à dos reagentes.

Fernandes (2014) comparou a formulação de mulita “in situ” a partir da combinação de alumina calcinada ultrafina ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) com quatro tipos de sílicas amorfas sintéticas obtidas por diferentes processos de síntese, as misturas foram compactadas e sinterizadas a 1100 °C e 1500 °C, as amostras foram caracterizadas em relação à porosidade, densidade, módulo elástico, resistência à flexão, microestrutura e fases presentes, sendo alcançada uma resistência à flexão de 114 MPa.

## 2.5 Estudos correlatos

Recentemente vem sendo realizadas diferentes pesquisas sobre o efeito da variação da temperatura em materiais refratários com a adição de CCA e argila aluminosa.

Lima (2011) estudou o desenvolvimento de um composto refratário à base de argila aluminosa proveniente do parque industrial do Rio Grande do Norte. Houve a substituição parcial de 10% ou 20% em peso de argila caulim, sinterizadas nas temperaturas de 1150 °C ou 1350 °C, com pressão de compactação de 40 MPa ou 70 MPa. A Tabela 3 ilustra os resultados obtidos.

Tabela 3: Resistência à flexão em três pontos.

<b>Média (MPa)</b>	<b>% de caulim</b>	<b>Pressão de compactação</b>	<b>Temperatura final de sinterização</b>
<b>4.86</b>	10	40	1150
<b>5.79</b>	20	40	1150
<b>2.18</b>	10	70	1150
<b>2.76</b>	20	70	1150
<b>6.60</b>	10	40	1350
<b>8.55</b>	20	40	1350
<b>2.57</b>	10	70	1350
<b>6.57</b>	20	70	1350

Fonte: Lima, 2011.

Observa-se que a temperatura de sinterização de 1350 °C resultou nos maiores valores para a resistência a flexão em três pontos. A maior resistência foi obtida para amostra com 20% de argila caulim com compactação de 40 Mpa e temperatura final de sinterização de 1350°C (8,55 MPa).

Alaneme E Sanusi (2015) estudaram as características microestruturais, o comportamento mecânico e o desgaste de compósitos híbridos de matriz de alumínio

reforçadas com alumina, CCA e grafite obtendo uma diminuição de dureza com o aumento da porcentagem de CCA. A resistência à tração dos compósitos contendo 0,5% de grafite e até 50% de CCA foi observada como sendo maior que a dos compósitos sem grafite. Os valores de tenacidade para os compósitos contendo 0,5% de grafite foram, em todos os casos, superiores aos dos compósitos sem grafite. No entanto, a resistência ao desgaste diminuiu com o aumento do teor de grafite de 0,5 para 1,5% em peso.

Marinho (2016) estudou a resistência ao choque térmico em refratários contendo altos teores de alumina sinterizadas nas temperaturas de 1400 °C, 1500 °C e 1600 °C, com tempo de permanência de 2h e 10h, obtendo melhora do choque térmico à medida que se aumentou a temperatura final de sinterização, contudo o prolongamento do processo em 10h de permanência não teve resultado relevante.

Alves (2016) estudou compostos de caulim, resíduo de caulim e alumina visando à obtenção de compósitos cerâmicos a base de mulita. Os corpos foram sinterizados entre 1300°C e 1550°C. Foi obtida mulita a partir de 1300 °C, as amostras sinterizadas a 1550°C e apresentaram os maiores picos de mulita. Além disso, o aumento da temperatura resultou no aumento da resistência à flexão em três pontos.

Milak, *et al.* (2017) estudaram amostras cerâmicas fabricadas com argilas e CCA (8 a 20% em massa), em temperaturas de sinterização de 965 °C e tempo de permanência de 2h. Foram obtidos blocos cerâmicos com porosidades entre 16 e 32% e considerável redução de sua condutividade térmica (até 27%).

Sobrosa *et al.* (2017) analisaram a substituição de argila caulim por 5%, 10% e 20% de CCA. Os resultados mostraram que as amostras com 20% resultaram na melhora da resistência a flexão em três pontos (27,78 MPa) e resistência à compressão (140,06 MPa). Contudo as amostras obtiveram diminuição do choque térmico.

Stochero *et al.* (2017) estudaram a substituição de argila caulim por 20% de CCA com a adição de fibras de aço em teores de 3%, 6% e 9% (de massa) obtendo uma redução de porosidade e aumento de resistência a flexão em três pontos em todas as amostras. As amostras com 9% de fibra de aço apresentaram o maior ganho de resistência à flexão em três pontos com valor de força aplicada de 1238 N.

Santos *et al.* (2018) estudaram a substituição de argila caulim por 15% e 20% de CCA e 1% e 2% de massa de fibra de aço rugosa. As amostras apresentaram melhora na resistência mecânica, ductilidade e diminuição de porosidade.

Hamzal *et al.* (2021) estudaram a substituição parcial de argila por CCA nas porcentagens de 20% e 40% em blocos cerâmicos. Os patamares finais de temperatura foram 900 °C, 950 °C e 1000 °C. Os blocos cerâmicos com presença de CCA apresentaram diminuição de porosidade e absorção de água em especial as amostras com 20% de CCA.

Silva *et al.* (2020) estudaram a incorporação de CCA (10% em massa) e fibra de wollastonita (5% e 10%) em argila aluminosa sinterizadas a 1000 °C obtendo aumento da porosidade (de 12,99% para 25,45% na mistura com 10% de fibra wollastonita) e diminuição do choque térmico e da condutividade térmica.

Nunes (2017) ressalta a necessidade de fazer a análise de argilas com maior concentração de alumina visando a formação da mulita e a importância de analisar sua formação em diferentes temperaturas a partir de 1000 °C visando descobrir a rampa de aquecimento que proporcione as melhores propriedades térmicas e mecânicas para a mistura.

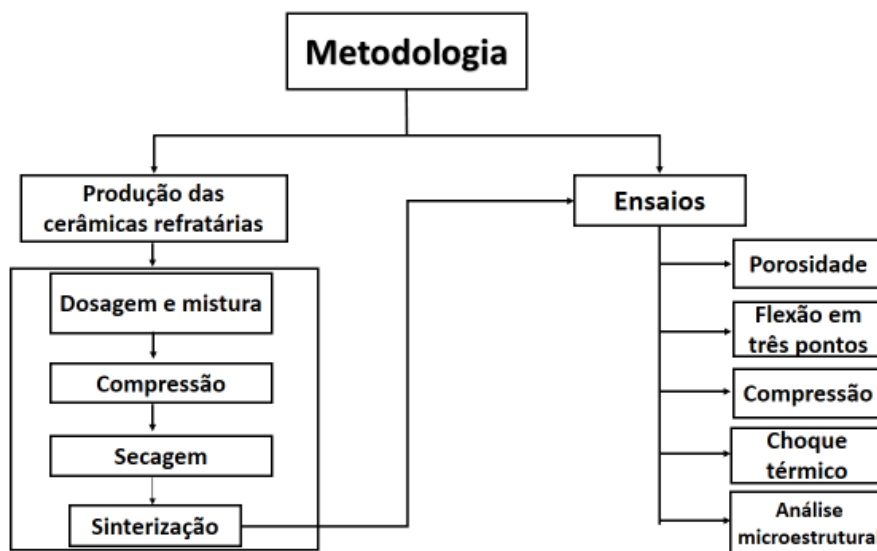
Tendo como referência os trabalhos relatados acima e tendo como objetivo produzir um material com propriedades mecânicas e termomecânicas ótimas e com uma estrutura apresentando maior quantidade de mulita, optou-se por utilizar de forma conjunta uma argila com maior teor de alumina e CCA e investigar o efeito da temperatura final de sinterização e do tempo de permanência nas propriedades mecânicas e termomecânicas resultantes.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta a metodologia da pesquisa, as matérias-primas utilizadas e o processo de produção das cerâmicas refratárias e os ensaios escolhidos.

A Figura 7 ilustra a metodologia adotada no presente trabalho.

Figura 7: Metodologia empregada na pesquisa.



Fonte: Autoria Própria.

#### 3.1 Matérias-primas

As matérias-primas utilizadas no trabalho foram: argila aluminosa e cinza da casca de arroz.

##### 3.1.1 Argila aluminosa

A argila aluminosa tem procedência de Vargem Grande do Sul/SP, doada junto a empresa Helager Indústria e Comércio Ltda.

A composição química da argila aluminosa foi obtida pelo método de espectrometria de fluorescência de raios X realizado pela empresa Helager Indústria e Comércio Ltda, conforme a Tabela 4.

A escolha deste material deve-se a alta concentração de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para reagir com o  $\text{SiO}_2$  visando a formação de mulita no composto.

Tabela 4: Composição química da argila aluminosa.

<b>Elemento</b>	<b>Concentração (%)</b>
Óxido de alumínio	54,10
Óxido de silício	23,19
Dióxido de carbono	6,17
Óxido de potássio	5,56
Óxido de ferro	4,98
Outros óxidos (teor menor que 1%)	3,17
Óxido de manganês	1,48
Trióxido de enxofre	1,35

Fonte: Silva (2018).

### 3.1.2 Cinza da casca de arroz

A cinza da casca do arroz (CCA) foi doada pela empresa Sílica Verde do Arroz Ltda., produzida pelo Grupo Pilleco Nobre com o nome comercial de Sílica Nobre.

A CCA é obtida como resultado do processo de combustão da casca de arroz em leito fluidizado com controle de temperatura (abaixo de 780 °C), que permite a extração da cinza com estrutura amorfa (SANTOS, 2017).

A Tabela 5 apresenta a composição química da CCA.

Tabela 5: Composição química da cinza da casca de arroz.

<b>Elemento</b>	<b>Concentração (%)</b>
Óxido de silício	89,07
Dióxido de carbono	4,29
Óxido de potássio	2,99
Outros óxidos (teor menor que 1%)	2,46
Óxido de cálcio	1,18

Fonte: Silva (2018).

### 3.2. Produção das cerâmicas refratárias

Para a fabricação dos CPs foi preparado um composto com 80% de argila aluminosa e 20% de CCA ambos em peso. A nomenclatura foi definida a partir das temperaturas finais de sinterização e do tempo de permanência conforme mostrado na Tabela 6.

Tabela 6: Nomenclatura dos corpos de prova.

Nomenclatura	Temperatura final de sinterização	Tempo de permanência
1000-1h	1000°C	1h
1000-3h	1000°C	3h
1100-1h	1100°C	1h
1100-3h	1100°C	3h
1200-1h	1200°C	1h
1200-3h	1200°C	3h

Fonte: Autorial Própria.

### 3.2.1 Dosagem e mistura

As matérias-primas foram colocadas em uma estufa (Fig. 8) a 105°C por 24 horas, para secagem. Após a secagem as matérias-primas foram colocadas em potes contendo 120 gramas de argila aluminosa e 30 gramas de CCA cada, totalizando 150 gramas, levados ao misturador (Fig. 9) por dois minutos em velocidade média, após foi adicionado água e foram misturados por mais dois minutos.

O teor de umidade utilizado foi de 10%, conforme o trabalho de Silva (2019).

Figura 8: Estufa utilizada para secagem.



Fonte: Autorial Própria.

Figura 9: Misturador.



Fonte: Autorial Própria.

### 3.2.2 Prensagem dos corpos de prova

Os CPs foram compactados em uma matriz macho-fêmea (Fig. 10) que produz três amostras a cada prensagem. O processo de prensagem foi realizado em prensa EMIC,



que possui uma capacidade de 200 kN (Fig. 11). O procedimento ocorreu no laboratório de Engenharia Civil da Unipampa, Campus Alegrete. Cada molde da matriz tem dimensões de 150 mm de comprimento, 30 mm de largura e 50 mm de espessura.

A pressão de compactação foi de 42,5 MPa com base no trabalho de Cenci (2022) (no prelo).

Após a compactação, a matriz fêmea foi suspensa nas laterais, e a matriz macho movimentada por meio do travessão da máquina, procedendo então a extração dos CPs. É importante ressaltar que foi necessário colocar os parafusos na matriz fêmea, para que a mesma não retornasse junto a matriz macho.

Figura 10: Matriz macho-fêmea.



Fonte: Autoria própria.

Figura 11: Prensa EMIC



Fonte: Autoria própria.

Para realização dos ensaios foram feitos oito CPs para cada uma das variações de temperatura de sinterização e tempo de permanência indicada na Tabela 6, da seguinte forma:

- Quatro CPs para ensaios de porosidade, sendo estes também usados para o ensaio de resistência ao choque térmico;
- Quatro CPs ensaiados para a resistência a flexão e após o rompimento do CP uma porção deste era cortada para o ensaio de compressão;

### 3.2.3 Secagem e Sinterização

Conforme o trabalho de Nieswald (2020), após a prensagem os CPs foram secos em uma estufa nas temperaturas de 25 °C, 50 °C e finalmente em 105 °C por 24h em cada temperatura. Este modelo de secagem foi adotado para otimizar a secagem do material adotando menores temperaturas no início do processo para uma eliminação lenta e gradual da umidade, após a secagem iniciou-se o ciclo de sinterização. A estufa utilizada para secagem foi a da Figura 8.

O forno utilizado para sinterização foi uma mufla da marca INTI (Fig. 12), com temperatura máxima de 1350 °C. O ensaio foi feito no laboratório de Metalografia e Ensaio Mecânicos da Unipampa, campus Alegrete.

As amostras foram colocadas sobre um tijolo refratário para não haver contato com a superfície do forno.

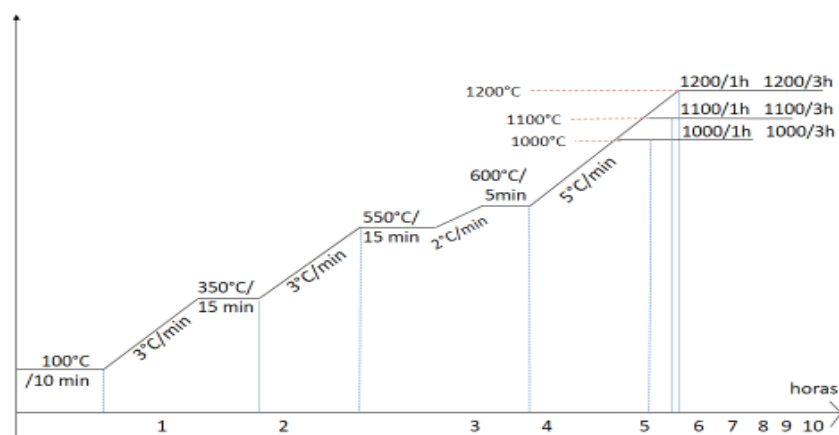
Figura 12: Forno mufla INTC utilizado.



Fonte: Autoria própria

A Figura 13 ilustra as rampas utilizadas.

Figura 13: curva de aquecimento dos CPs



Fonte: Adaptado de Ibanes e Sandoval (1996).

Entre 350°C e 600°C a taxa de temperatura foi diminuída para formação do quartzo, o restante dos valores adotados estão adaptados do trabalho de Ibanes e Sandoval (1996).

Posteriormente os CPs foram colocados em estufa para não absorverem umidade (Fig. 14).

Figura 14: Corpos de prova armazenados em estufa.



Fonte: Autoria própria.

### 3.3 Ensaios Físicos, Mecânicos e Termomecânicos

#### 3.3.1 Porosidade Aparente

O ensaio de porosidade foi feito seguindo a NBR 16621 (2017).

O ensaio de porosidade expressa em porcentagem a relação entre o volume de poros abertos em relação ao volume total do CP. Foi realizado seguindo a NBR 6220 (2011). Os resultados são calculados de acordo com a equação (1).

$$PA = \frac{(P_u - P_s)}{(v_a * m)} \times 100 \quad \text{Eq (1)}$$

Onde:

PA = Porosidade aparente (%);

P<sub>u</sub> = peso do corpo de prova saturado (g);

P<sub>s</sub> = peso do corpo de prova seco (g);

v<sub>a</sub> = volume aparente do corpo de prova (cm<sup>3</sup>);

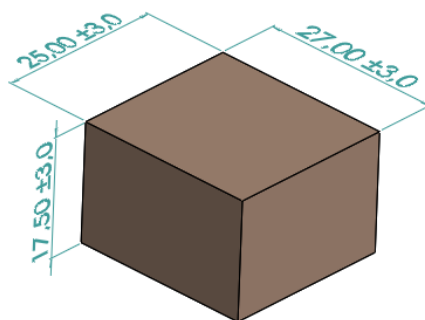
$m$  = massa específica do líquido ( $\text{g/cm}^3$ )

### 3.3.2 Resistência à compressão

O ensaio foi realizado de acordo com a NBR 10059-2 (2014).

O CP do ensaio de compressão tem as dimensões mostradas na Figura 15 e foi obtido cortando-se uma porção do CP ensaiado no teste de flexão. Para nivelar a superfície do CP foi utilizado uma camada de teflon com 1 mm de espessura.

Figura 15: Dimensões do corpo de prova de compressão em mm.



Fonte: Autoria própria

A resistência à compressão é calculada de acordo com a equação 2:

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad \text{Eq. (2)}$$

Onde:

$\sigma$  = resistência à compressão (MPa);

$P$  = carga utilizada no momento da ruptura (N);

$A$  = área da seção transversal ( $\text{mm}^2$ ).

Figura 16: Prensa EMIC utilizada para os ensaios de compressão.



Fonte: Autoria própria.

Para a realização deste ensaio utilizou-se a prensa EMIC com velocidade de 0,2 mm/min (Fig. 16) do laboratório de Construção Civil da Unipampa, campus Alegrete.

### 3.3.3 Resistência à flexão em três pontos

A resistência à flexão em três pontos foi feita conforme a NBR 5014 (2012).

$$\sigma = 3Fl/2ab^2 \quad \text{Eq. (3)}$$

Onde:

$\sigma$  – Resistência à flexão em três pontos (MPa);

F – Carga atingida no momento da ruptura (N);

L – Distância entre os apoios (mm);

a – Largura do corpo de prova (mm);

b – Altura do corpo de prova (mm).

O ensaio foi realizado utilizando-se uma máquina de ensaio universal marca Shimadzu com capacidade de carga de 5 kN (Fig. 17), a velocidade utilizada foi de 0,15 mm/min. O ensaio foi feito no laboratório de Metalografia e Ensaio Mecânicos da Unipampa, campus Alegrete.

Figura 17: Máquina de ensaio Shimadzu.



Fonte: Autoria própria.

### 3.3.4 Resistência ao choque térmico

O ensaio de choque térmico foi feito seguindo as normas da NBR 13202 (2015). Para cada ciclo os CPs permaneceram no forno apresentado na Figura 13 a temperatura de 500 °C por 30 minutos, quando então foram removidos e lançados em um tanque com água agitada (Fig. 18), onde permaneceram por 10 minutos. Após foram levados novamente ao forno para um novo ciclo, até ocorrer a ruptura total do CP.

A resistência foi calculada através da seguinte equação:

$$R.C.T = A/B \quad \text{Eq. (4)}$$

Onde:

A = número de ciclos onde surgiu a primeira trinca;

B = número de ciclos onde ocorre a ruptura total do CP.

Figura 18: Tanque de resfriamento.



Fonte: autoria própria.

O ensaio foi feito no laboratório de Metalografia e Ensaio Mecânicos da Unipampa, campus Alegrete.

### 3.4 Difração de raio x (DRX)

O equipamento utilizado para realização dos ensaios de DRX foi um difratômetro  $\theta/2\theta$  marca Rigaku modelo Ultima IV com geometria Bragg Bentano, operando em 40Kv e 20 mA, localizado na Unipampa – Campus Bagé. As medidas foram realizadas a um passo de 0,05°/s na faixa de  $2\theta$  de 5 a 75°.

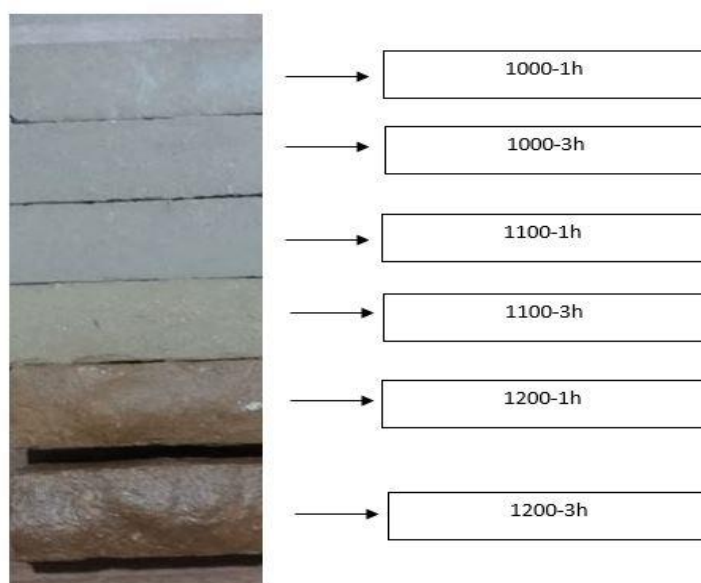
O programa utilizado para a identificação das fases foi o X'pert HighScore Plus

## 4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os principais resultados obtidos no trabalho.

A Figura 19 mostra os CPs após o processo de sinterização. Conforme se aumentou a temperatura de sinterização e o tempo de permanência houve uma alteração gradual de tonalidade nas amostras, de modo que na máxima temperatura e tempo de permanência estas apresentaram uma coloração marrom forte.

Figura 19: Amostras após o processo de sinterização.



Fonte: autoria própria.

### 4.1 Ensaios Físicos, Mecânicos e Térmicos

#### 4.1.1 Porosidade Aparente

A Tabela 7 apresenta os resultados referentes aos ensaios de porosidade, mostrando os valores médios, desvio padrão e coeficientes de variação.

A Figura 20 mostra o gráfico para os resultados médios do ensaio de porosidade.

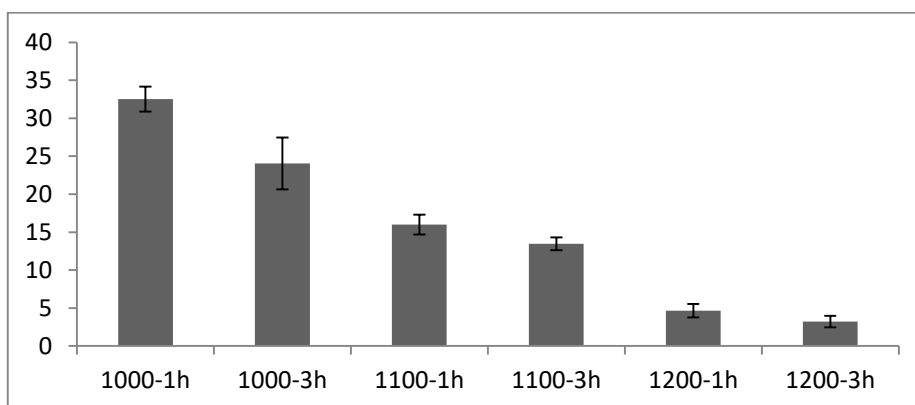
A partir da Tabela 7 e da Figura 20 observa-se que a porosidade diminuiu à medida que se aumentou a temperatura final de queima e o tempo de permanência. Alguns dados tiveram um coeficiente de variação alto, fato associado com a perda de massa dos CPs durante o processo de prensagem. A variação de massa pode ser vista no Apêndice I na coluna m.s (massa seca).

Tabela 7: Resultados do ensaio de porosidade aparente.

Formulação	P.A Média (%)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
1000-1h	32,52	1,65	4,99
1000-3h	24,05	3,40	14,62
1100-1h	16,01	1,30	8,19
1100-3h	13,46	0,83	6,29
1200-1h	4,66	0,88	20,53
1200-3h	3,22	0,75	24,28

Fonte: Aatoria própria.

Figura 20: Resultados - Porosidade Aparente.



Fonte: Aatoria própria.

As Tabelas 8 e 9 apresentam o cruzamento de dados e os resultados dos testes de Tukey para porosidade aparente obtidos utilizando-se o software PAST 4.03. Os cálculos de DMS (diferença mínima significativa) são mostrados no Apêndice IV detalhadamente.

São feitos dois cruzamentos de dados entre as temperaturas (Tabela 8) e entre o tempo de permanência para a mesma temperatura (Tabela 9) para os resultados obtidos.

Tabela 8: Resultados do Teste de Tukey – Efeito da temperatura na Porosidade Aparente.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1100-1h	X	
1100-1h:1200-1h	X	
1000-1h:1200-1h	X	
1000-3h:1100-3h	X	
1100-3h:1200-3h	X	
1000-3h: 1200-3h	X	

Fonte: autoria própria.



Tabela 9: Resultados do Teste de Tukey Efeito do tempo de permanência na Porosidade Aparente.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1000-3h	X	
1100-1h:1100-3h		X
1200-1h:1200-3h		X

Fonte: autoria própria.

A partir dos dados da Tabela 8 e figura 20, observa-se que o aumento da temperatura levou a uma queda no valor da porosidade para todas as temperaturas investigadas. Resultados semelhantes foram encontrados por Jiang (2017). Por outro lado, observa-se que o aumento do tempo de permanência de 1h para 3h teve impacto na porosidade, somente para a temperatura de 1000 °C.

O aumento da temperatura possibilita a melhor interação entre as partículas na fase vítrea proporcionando que o líquido fundido penetre e preencha os poros abertos quando então, durante o resfriamento, este líquido irá se solidificar e formar um material com menor porosidade.

#### 4.1.2 Resistência à Compressão

A Tabela 10 e a Figura 21 apresentam os resultados de resistência à compressão, enquanto a Tabela 11 e Tabela 12 apresentam os respectivos resultados para o teste de Tukey.

Tabela 10: Resultados do ensaio de resistência à compressão.

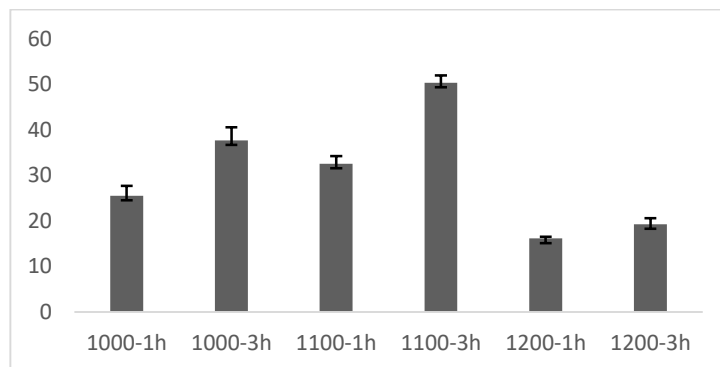
Formulação	Média (MPa)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
1000-1h	25,52	2,16	8,46
1000-3h	37,68	2,87	7,64
1100-1h	32,56	1,71	5,2
1100-3h	50,38	1,59	3,16
1200-1h	16,14	0,37	2,32
1200-3h	19,28	1,34	6,98

Fonte: autoria própria.

Observando-se os resultados da Tabela 11, é possível afirmar que a temperatura de sinterização exerce influência na resistência à compressão para todas as temperaturas avaliadas. Com base na figura 21 observa-se que, em relação a amostra sinterizada em

1000 °C, houve um aumento da resistência a compressão na temperatura de 1100 °C e uma redução na temperatura de 1200 °C.

Figura 21: Resultados - resistência à compressão.



Fonte: autoria própria.

Tabela 11: Resultados teste de Tukey – efeito da temperatura na resistência à compressão.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1100-1h	X	
1100-1h:1200-1h	X	
1000-3h:1100-3h	X	
1100-3h:1200-3h	X	
1000-1h:1200-1h	X	

Fonte: autoria própria.

Tabela 12: Resultados teste de Tukey – efeito do tempo de permanência na resistência à compressão.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1100-3h	X	
1100-1h:1100-3h	X	
1200-1h:1200-3h		X

Fonte: autoria própria.

Os resultados da Tabela 12 e Figura 21, mostram que o aumento do tempo de permanência resultou em um aumento da resistência a compressão nas temperaturas de 1000 °C e 1100 °C e não exerceu influência na temperatura de 1200 °C.

A maior resistência a compressão foi observada para a amostra de 1100-3h.

A porosidade aparente não explica os resultados obtidos, pois as amostras com menores valores de porosidade apresentaram a menor resistência à compressão (1200-1h, 1200, 3h) oposto do que é esperado. Este fato indica que existe influência de outros fatores como a presença de trincas longitudinais conforme será mostrado na próxima seção.

#### 4.1.3 Resistência a Flexão em Três Pontos

A Tabela 13 e a Figura 22 apresentam os resultados do ensaio de resistência à flexão em três pontos, enquanto a Figura 23 mostra os CPs após o ensaio de flexão. Alguns CPs 1200-3h apresentaram trincas longitudinais após a sinterização o que, possivelmente, ocasionou a diminuição da resistência e aumento do coeficiente de variação.

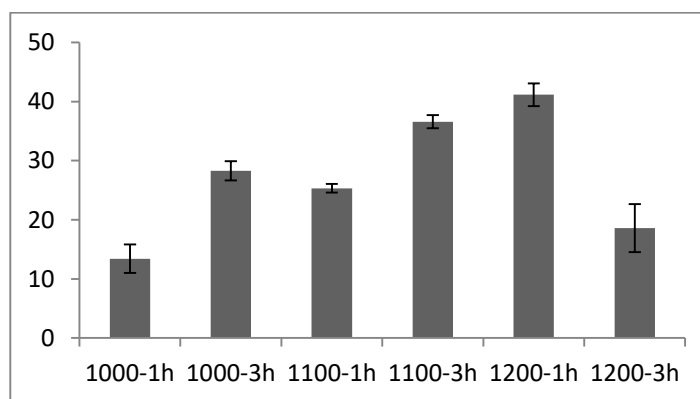
A Figura 24 mostra os CPs rompidos durante o ensaio onde é possível ver as trincas longitudinais.

Tabela 13: Resultados - resistência a flexão em três pontos.

Formulação	Média (MPa)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
1000-1h	13,41	2,41	18,15
1000-3h	28,29	1,61	5,78
1100-1h	25,33	0,73	2,89
1100-3h	36,59	1,12	3,07
1200-1h	41,13	1,94	4,72
1200-3h	18,59	4,05	20,13

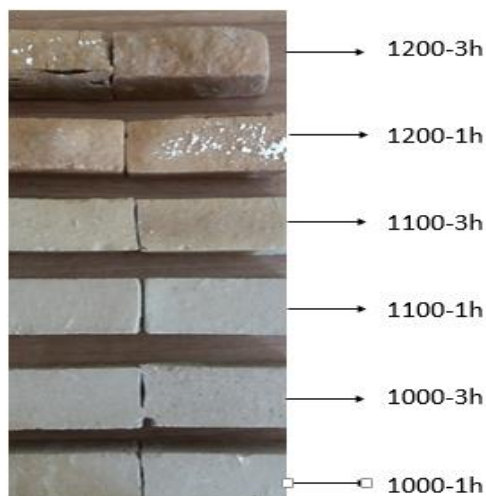
Fonte: autoria própria.

Figura 22: Resultados - Resistência a Flexão em três pontos.



Fonte: autoria própria.

Figura 23: CPs rompidos durante os ensaios de flexão.



Fonte: autoria própria.

Figura 24: CPs 1200-3h rompidos durante o ensaio de flexão.



Fonte: autoria própria.

Os resultados do teste de Tukey são mostrados nas Tabela 14 e 15.

Tabela 14: Resultados teste de Tukey: efeito da temperatura na resistência a flexão em três pontos.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1100-1h	X	
1100-1h:1200-1h	X	
1000-1h:1200-1h	X	
1000-3h:1100-3h	X	
1100-3h:1200-3h	X	
1000-3h: 1200-3h	X	

Fonte: autoria própria.

Tabela 15: Resultados teste de Tukey: efeito do tempo de permanência na resistência a flexão em três pontos.

Formulações – cruzamento de dados	É estatisticamente significativo?	
	Sim	Não
1000-1h:1000-3h	X	
1100-1h:1000-3h	X	
1200-1h:1200-3h	X	

Observando a Tabela 14 e Tabela 15, observa-se que o aumento da temperatura e do tempo de permanência ocasionou valores estatisticamente significativos para todas as comparações.

Com exceção da amostra 1200-3h, é possível afirmar que o aumento da temperatura e do tempo de sinterização resultaram em aumento da resistência a flexão em três pontos. A maior resistência à flexão ocorreu a amostra 1200-1h. Resultados semelhantes foram encontrados por Silva (2021) que testou a influência da temperatura final (1300 °C e 1400 °C) e do tempo de permanência (2h e 3h) em dois compósitos de argila caulim com adição de alumina.

A redução da porosidade pode explicar o aumento da resistência à flexão em três pontos com o aumento da temperatura, com exceção da amostra 1200-3h, que apesar da menor porosidade, apresentou trincas longitudinais oriundas do processo de sinterização.

#### 4.1.4 Resistência ao Choque Térmico

A Tabela 16 apresenta os resultados referentes ao ensaio de choque térmico.

A Tabela 16 mostra que todos os CPs apresentaram surgimento de trincas no primeiro ciclo. Estão mostrados também o ciclo de rompimento e o valor da RCT.

Observa-se que para a temperatura de 1200 °C houve um aumento do número de ciclos até a ruptura, em especial para a amostra 1200-3h.

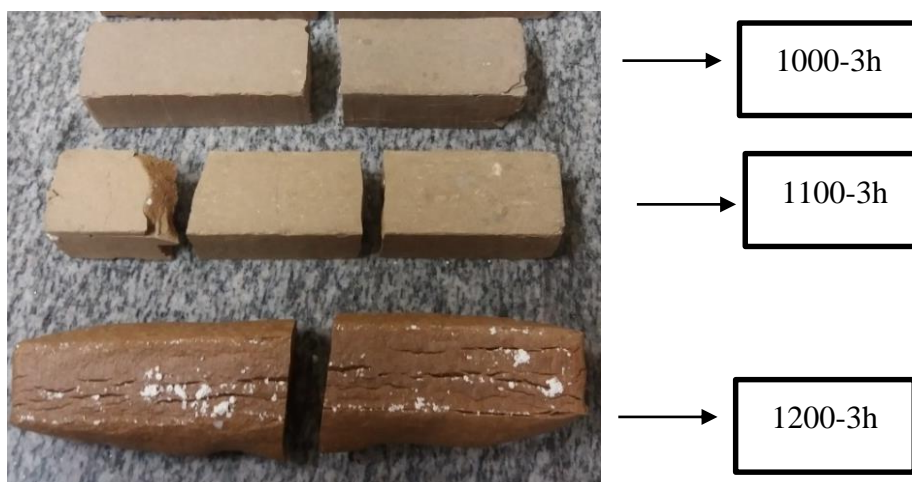
A Figura 25 ilustra os CPs rompidos no ensaio de choque térmico.

Tabela 16: Resultados do ensaio de RCT.

Formulação	Amostra	Ciclo de surgimento de trinca	Rompimento	Choque térmico
1000-1h	1	1	2	0,5
	2	1	2	0,5
	3	1	2	0,5
	4	1	2	0,5
1000-3h	1	1	2	0,5
	2	1	2	0,5
	3	1	2	0,5
	4	1	2	0,5
1100-1h	1	1	1	1
	2	1	2	0,5
	3	1	2	0,5
	4	1	2	0,5
1100-3h	1	1	1	1
	2	1	3	0,33
	3	1	3	0,33
	4	1	3	0,33
1200-1h	1	1	2	0,5
	2	1	2	0,5
	3	1	3	0,33
	4	1	4	0,25
1200-3h	1	1	4	0,25
	2	1	3	0,33
	3	1	4	0,25
	4	1	4	0,25

Fonte: autoria própria

Figura 25: CPs rompidos após o ensaio de choque térmico.



Fonte: autoria própria.

A redução da porosidade pode explicar o aumento da resistência ao choque térmico, em especial para a temperatura de sinterização de 1200 °C.

Marinho (2016) encontrou resultados semelhantes em refratários contendo altos teores de alumina sinterizadas nas temperaturas de 1400 °C, 1500 °C e 1600 °C, com tempo de permanência de 2h ou 10h, obtendo melhora do choque térmico à medida que se aumentou a temperatura final de sinterização.

#### 4.2 Difração de Raios X (DRX)

A Figura 26 mostra os resultados das análises de DRX. É possível observar a existência de três fases cristalinas nos CPs sinterizados a 1000°C: corundum ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (ICSD: 009770 / código de referência: 01-071-1123), quartzo (SiO<sub>2</sub>) (ICSD: 200729 / código de referência: 01-083-2473) e mulita (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>) (ICSD: 075305 / código de referência: 01-083-1237) com picos de pequena intensidade.

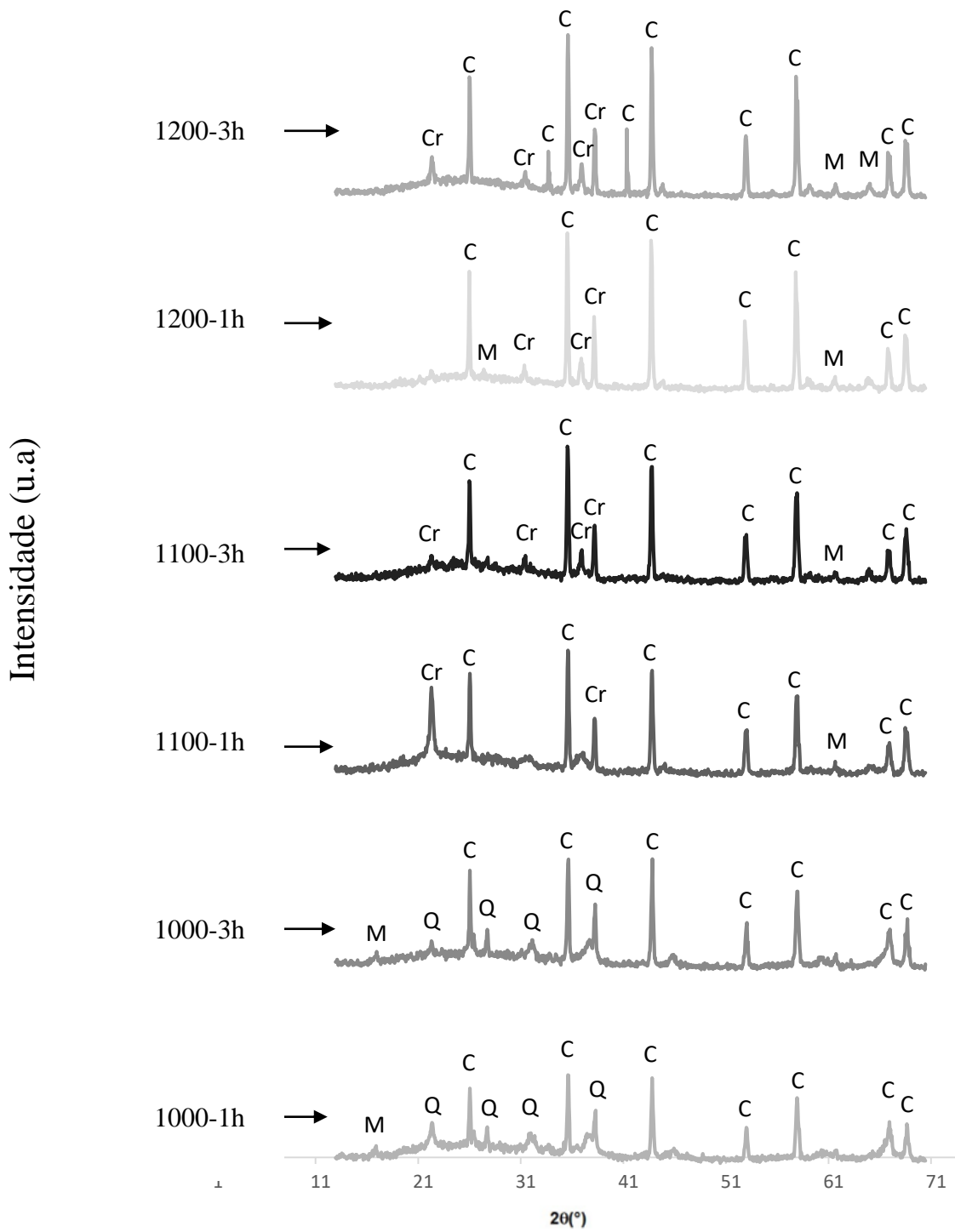
A partir de 1100 °C observa-se que os picos de corundum (52,45° e 57,3°) ficaram mais intensos enquanto os picos de quartzo desaparecem. Além disso, surgem picos associados com a cristobalita (ICSD: 034933 / código de referência: 01-076-0941), o pequeno pico próximo a  $2\theta=20^\circ$  de mulita manteve-se estável.

Em 1200 °C observa-se que os picos associados ao corundum (52,45° e 57,3°) continuam aumentando em intensidade e surgem picos associados com a cristobalita entre as medidas de  $2\theta=20^\circ$  e  $2\theta=40^\circ$ , a mulita manteve seu pico estável.

Os picos de baixa intensidade de mulita estão de acordo com Magliano e Pandolfelli (2010) e Geroto (2000) que afirmam que em temperaturas a partir de 1000°C ocorre a formação de mulita em pequenas quantidades e com a formação simultânea de cristobalita. A fase cristalina Corundum também foi encontrada por SILVA (2019) que utilizou a mesma matéria prima empregada neste trabalho em temperaturas de sinterização entre 1000 °C e 1300 °C.

A diminuição significativa de quartzo e a formação de Cristobalita podem explicar o aumento da resistência a compressão e da resistência a flexão das amostras sinterizadas em 1100 °C. Por outro lado a presença de trincas longitudinais na amostra 1200-3h pode explicar a sensível redução de resistência a flexão.

Figura 26: DRX.



## Legenda

C – Corundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ )Q – Quartzo ( $\text{SiO}_2$ )CR – Cristobalita ( $\text{SiO}_2$ )M – Mulita ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$ )

Fonte: Autorial própria



A formação de Cristobalita pode ser associada ao excesso de sílica na mistura. Em relação a proporção estequiométrica da mulita, uma parte da sílica reage com a alumina iniciando a nucleação da fase para formar a mulita, outra parcela se transforma em cristobalita e adentra o interior dos poros diminuindo a porosidade do material (MAGLIANO e PANDOLFELI, 2010).

A mulita formada em temperaturas próximas a 1000 °C é caracterizada como primária. É formada a partir de uma reestruturação rápida dos íons por difusão de curto alcance e a nucleação ocorre devido a temperatura. Como consequência, as fases metaestáveis tornam-se ricas em sílica, já que a reação consome mais os íons de alumínio que os de silício. A mulitização secundária se dá pela reação da sílica restante com a alumina proveniente da  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ocorrendo a partir de 1200 °C, então neste trabalho pode-se observar os dois tipos de mulita primária nas temperaturas de 1000 °C e 1100 °C e secundária em 1200 °C.

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo são apresentadas as principais conclusões obtidas a partir dos resultados e discussões reportados no capítulo 3. Também são apresentadas sugestões para futuros trabalhos na área.

### 5.1 Conclusões

Este trabalho examinou o efeito da temperatura final de sinterização e do tempo de permanência nas propriedades físicas, mecânicas e termomecânicas de cerâmicos refratários fabricados a partir de um composto de argila aluminosa e cinza da casca de arroz. Com base nos resultados obtidos podem ser feitas as seguintes conclusões:

- O aumento da temperatura de sinterização resultou em uma redução na porosidade dos corpos de prova para todas as temperaturas investigadas.
- O aumento do tempo de permanência de 1h para 3h durante sinterização teve impacto na redução da porosidade, somente para a temperatura de 1000 °C.
- Em relação ao corpo de prova sinterizado em 1000 °C, houve um aumento da resistência a compressão para temperatura de sinterização de 1100 °C e uma redução na temperatura de 1200 °C.
- O aumento do tempo de permanência resultou em um aumento da resistência a compressão para as temperaturas de sinterização de 1000 °C e 1100 °C e não exerceu influência na temperatura de 1200 °C.
- Com exceção da amostra 1200-3h, é possível afirmar que o aumento da temperatura e do tempo de sinterização resultaram em aumento da resistência a flexão em três pontos.
- A redução da porosidade pode explicar o aumento da resistência à compressão e resistência a flexão em três pontos com o aumento da temperatura.
- A presença de trincas longitudinais na amostra 1200-3h pode explicar a sensível redução de resistência a flexão.
- No ensaio de choque térmico, houve um aumento do número de ciclos até a ruptura para amostras sinterizadas na temperatura de 1200 °C, em especial para a amostra 1200-3h.

- A redução da porosidade pode explicar o aumento da resistência ao choque térmico.
- A diminuição significativa de quartzo e a formação de Cristobalita podem explicar o aumento da resistência a compressão e da resistência a flexão das amostras sinterizadas em 1100 °C.

## **5.2 Sugestões de trabalhos futuros**

Com base nos resultados encontrados sugere-se o desenvolvimento dos seguintes trabalhos:

- Testar a influência da umidade no processo variando sua adição entre 5 e 10% em peso no composto;
- Variar a porcentagem de CCA no composto;
- Testar a influência da temperatura de sinterização de 1150 °C.
- Testar novos procedimentos de secagem e pré-aquecimento durante a sinterização, uma vez que corpos de prova sinterizados em 1200 °C apresentaram trincas longitudinais.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALANEME, K. T; SANUSI, K. T. **Microstructural characteristics, mechanical and wear behaviour of aluminium matrix hybrid composites reinforced with alumina, rice husk ash and grafite.** Engienering Science and Technology, na International Journal, v. 18, n°3, pag 416-422, 2015.

ALVES, Hugo Plínio de Andrade. **Utilização do delineamento de misturas de caulim, resíduo de caulim e alumina para obtenção de cerâmicas a base de mulita.** Dissertação de Mestrado – Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade Federal da Paraíba. 93 pag. 2016.

ALWEENDO, S. T; JOHNSON, O. T; SHONGWE, B. M; KAVISHE, F. P; BORODE, J. O. **Microstructural and Mechanical Properties of Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Matrix Composites Reinforced with SiC from Rice Husk by Spark Plasma Sintering.** Material Research. N° 23. 2020.

ANGGONO, Juliana. **Mullite Ceramics: Its Properties, Structure, and Synthesis.** Jurnal Teknik Mesin Universitas Kristen Petra. Pp. 1-10, 2005.

ASKELAND, Donald R. **Ciência e Engenharia de Materiais.** Rio de Janeiro, Cengage learning, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR. 13202: Materiais refratários – Determinação do choque térmico pelo módulo de elasticidade residual.** Rio de Janeiro, 2015.

\_\_\_\_\_.**NBR. 16661: Materiais refratários densos conformados - Determinação do volume aparente, volume aparente da parte sólida, densidade de massa aparente, densidade aparente da parte sólida, porosidade aparente e absorção.** Rio de Janeiro, 2017.

\_\_\_\_\_.**NBR 10059-2: Produtos refratários prensados densos — Determinação da resistência à compressão a frio. Parte 2: Ensaio com isolamento.** Rio de Janeiro, 2014.

\_\_\_\_\_.**NBR 5014: Produtos refratários conformados densos e isolantes — Determinação do módulo de ruptura à temperatura ambiente.** Rio de Janeiro, 2014.

BECHER, P. F. “**Microstructural Design of Toughened Ceramics**”, J. Am .Ceram. Soc., 74, pp. 255-69, 1991.

BUSTAMANTE, G. M.; BRESSIANI, J. C. **A indústria cerâmica brasileira.** Cerâmica Industrial, São Paulo, v. 5, n. 3, p. 31-36, 2000.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de materiais: uma introdução.** 7. ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2008.

COELHO, J. D. **Arroz: Produção e Mercado.** Caderno Setorial ETENE. Ano 6. Nº 156. Banco do Nordeste. 2021.

CENCI, C. S. **Influência da Pressão de Compactação nas Propriedades Mecânicas e Termomecânicas de Cerâmicas Refratárias Derivadas da Cinza da Casca de Arroz. A ser submetido 2022.**

DELLA, V. P; KÜHN, I; HOTZA, D. **Caracterização de Cinza de Casca de Arroz para uso como Matéria-Prima na Fabricação de Refratários de Sílica.** Química Nova, v. 24, n. 6, p. 778–782, 2001.

DUARTE, A.K. **Encapsulamento Cerâmico de Resíduos de Materiais Refratários.** Programa de Pós-Graduação de Engenharia Metalúrgica e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Bolo Horizonte, 2005.

FERNANDES, LEANDRO. **Formação de mulita “in situ” a partir de diferentes tipos de silicas amorfas sintéticas (SAS’S).** Tese de Mestrado. Universidade de São Paulo, 2014, 79p.

FIGUEIREDO, J. M. R; FERNANDES, I.M.M; SILVA, V.J; NEVES, G.A; FERREIRA, H.C; SANTANA, L.N.L . **Influência da composição e das variáveis de processamento de formulações a base de argilas – uso em materiais refratários.** Cerâmica, vol. 64, pag 10-19, 2018.

FILIPPETTO, Daniele. **Briquetagem de resíduos vegetais: viabilidade técnico-econômica e potencial de mercado.** 2008. 61f. Dissertação de Mestrado – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, SP.

FOLETTTO, E. L *et al.* **Aplicabilidade das cinzas da casca de arroz.** Química Nova, v. 28, n. 6, p. 1055–1060, 2005.

FONSECA, M.R.G. **Isolantes térmicos fabricados a partir da cinza da casca de arroz: obtenção, caracterização de propriedades e sua relação com a microestrutura.** Tese de Doutorado, Escola de Engenharia, Curso de Pós-graduação em Engenharia de Minas, Metalurgia e de Materiais, Universidade federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1999, 120p.

GEROTTO, M.V.; CABO, S.S.; INNOCENTINI, M.D.M.; PANDOLFELLI, V.C. **Utilização de caulim e meta-caulim em substituição à microssilica em concretos refratários aluminosos auto-escoantes.** Revista Cerâmica, v. 46, n. 300, p. 200- 209, 2000.

HAMZAH, A. M; ZAKARIA, S. K; SALLEH, S. Z; YUSOFF, A. H; ALI, A.; MOHAMAD, M; MASRI, M. N; SOBRI, S. A.; TAIB, M. A. A; BUDIMAN, F.; TEO, P. T. **Physical, morphological and mineralogical properties of ceramic brick incorporated with Malaysia's Rice Hush Ash (RHA) agricultural waste.** Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 22, No. 2, pp. 200~207 (2021).

HOPPE, A. E. **Carbonatação em concreto com cinza de casca de arroz sem moagem.** 2008. 147 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Maria - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Santa Maria, 2008.

IBAÑES, A.; SANDOVAL, F. **La Coccion Rápida.** Boletín de la Sociedad Española, v. 35, n. 6, pp. 433-438, nov./dez, 1996.

IRGA – Instituto Rio Grandense do Arroz. **Boletim Final da Safra 2020/2021.** Disponível em <https://irga.rs.gov.br/safra-2020-2021- chega-ao-fim-com- produtividade- recorde-no-rs. Acesso em 19/10/2021>.

ISAAC, C. S; SALOMÃO, R; PANDOLFELLI, V. C. **Agentes ligantes para concretos refratários: sílica coloidal e alumina hidratável.** Cerâmica, v. 50, p. 109 - 114, 2004.

JIANG, Weiguo; LI, Kaiwen; XIAO, Jiuhuan; LOU, Langhong. Effect of sílica fiber on the mechanical and chemical behavior of alumina-based ceramic core material. Journal of Asian Ceramic Societies. Vol. 5. N° 4. Pag 410-417. 2017.

KATSUKI, Hiroaki; KIM Jaegyeom; KIM, Seung-Joo; KIM, Jong-Young; PEE, Jae-Hwan; CHO, Woo-Seok. **Influence of alumina content in the raw clay on the sintering behaviour of Karatsu ware.** Journal of the Ceramic Society of Japan, vol 124, n° 8, pag 833-837, 2016.

LIMA, Angélica Gilksana Souza de; **Desenvolvimento de formulações cerâmicas para produção de semi-refratários utilizando matérias-primas do RN.** Dissertação de Mestrado – Mestrado em Engenharia Mécânica, 80 pag, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Natal, 2011.

MARINHO, Adielson Rafael Oliveira. **Avaliação da resistência ao choque térmico em refratários de alta alumina formados a partir de matérias - primas de**

**alta reatividade.** Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal do Para. Marabá, 2016. 81p.

MAYER,F.D.;HOFFMAM,R.,RUPPENTHAL,J.E. **Gestão energética, econômica e ambiental do resíduo casca de arroz em pequenas e médias agroindústrias de arroz-XIII SIMPEP**, Bauru, São Paulo, 2006.

MILAK, P ; SOUZA, M.T C; BOM, P; MANTAS P , RAUPP-PEREIRA, F; A. P. NOVAES A. P. **Valorization of rice husk ash in ceramic bricks.** Cerâmica 63, 2017, pág. 490-493

MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. **Relatório Técnico: Cadeia de Refratários.**2009.<Disponível em [http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256652/P45\\_RT71\\_Perfil\\_dos\\_Refratxrios.pdf/ac0e01f1-cc6d-4071-b3d4-c157240fa132](http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256652/P45_RT71_Perfil_dos_Refratxrios.pdf/ac0e01f1-cc6d-4071-b3d4-c157240fa132) acesso em 20/10/18.

NIESWALD, R.; ANTONIO DURLO TIER, M. **DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS REFROTÁRIOS EMPREGANDO SÍLICA RESIDUAL DA CASCA DE ARROZ.** Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão, v. 11, n. 2, 30 mar. 2020.

NOGUEIRA, Flávia de Cerqueira Lima. **Estudo sobre a influência da Porosidade Aparente e do teor de Alumina no desempenho Térmico e Mecânico de Refratários Sílico-Aluminosos.** 2006. 76 p. Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais). Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2015.

NUNES, A.S. **Desenvolvimento de cerâmicas refratárias com substituição da argila refratária por sílica da casca de arroz, microfibras cerâmicas e fibras de aço: caracterização das propriedades físicas, mecânicas e térmicas.** Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Pampa. Alegrete - RS, 2017.

POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico.** 2006. 345 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

QUINTELA, M. A.; de MELO, T. M. F.; LAGE, I. J.; PANDOLFELLI, V. C.; ROFRIGUES, J. A. **Análise da resistência ao choque térmico de refratários contendo carbono.** Cerâmica, v. 47, p. 174 - 179, 2011.

SAKO, E.Y; PANDOLFELLI, V.C. **A relação entre a corrosão e a microestrutura: a chave para o desenvolvimento de concretos refratários espinelizados de alto desempenho.** Cerâmica, vol 60. Nº 353, 2014.

SANTOS, H.S; KIYOHARA, P.; COELHO, A.C.V; SANTOS, P.S. **Estudo por microscopia eletrônica das transformações durante a queima de argilas altamente aluminosas brasileiras.** Cerâmica, vol 52. N° 322, 2006.

SANTOS, P.R; STOCHERO, N.P; MARANGON. E; TIER. M.D. **Mechanical and thermal behavior of kaolin/rice-husk ash matrix composites reinforced with corrugated steel fibers.** Ceramics International, vol 44, pág. 14291-14296. 2018.

SERRA, M.F; CONCONI, M.S, GAUNA, M.R, SUAREZ, G; AGLIETTI, E.F; RENDTORFF, N.M. **Mullite (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·2SiO<sub>2</sub>) ceramics obtained by reaction sintering of rice husk ash and alumina, phase evolution, sintering and microstructure.** Journal of Asian Ceramic Societies, vol 4, n°1, pág. 61-67, 2016.

SFALCIN, A.M; SILVEIRA, G.R da; MARCHEZAN, R; BRETAS, D; TIER, M. D; MARAGNON, E. **Desenvolvimento de refratários utilizando sílica da casca de arroz: uma alternativa eficiente e sustentável.** XVIII Encontro Estadual de Entidades de Classe- EESEC. Alegrete, RS, 2018.

SILVA, C. R. **Aplicação do conceito de maturidade em concreto com adição de cinza de casca de arroz.** 2004. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.

SILVA, Débora Bretas. **Desenvolvimento de compósitos cerâmicos refratários sílico aluminosos contendo cinza da casca de arroz e wollastonita.** 2018. 131f Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2018.

SILVA, Débora; Pachla, Eduardo; Marangon, Ederli; Tier, Marco; Garcia, Ana Paula. **Effects of rice husk ash and Wollastonite incorporation on the physical and termal properties of refractory ceramic composites.** Revista Matéria. V.25 N.03 2020.

SILVA, V. J; TAVEIRA, Salvador K. A. ; SILVA KARINA R. ; NEVES, Gelmires A. ; LIRA, Hélio L. ; SANTANA, LISIANE N. L. **Refractory Ceramics of Clay and Alumina Waste.** Materials Research, Vol 24; N°2. 2021.

SOBROZA, F. Z. **Desenvolvimento de materiais cerâmicos refratários com adição da sílica residual proveniente da queima da casca de arroz.** 2014. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2014.



SOBROZA, F.Z; STOCHERO, N.P; MARANGON, E; TIER, M.D. **Development of refractory ceramics from residual silica derived from rice husk ash.** Ceramics International, vol 43, pág. 7142-7146. 2017.

STOCHERO, N. P. **Desenvolvimento de cerâmica refratária com fibra de aço e sílica residual proveniente da queima da casca de arroz.** 2015. 66 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2015.

STOCHERO, N.P; MARANGON, E; NUNES, A.S; TIER, M.D. **Development of refractory ceramic from residual sílica derived from rice husk ash and steel fibres.** Ceramics International, vol 43, pág. 13875-13880. 2017.

TIWARY, Srikant; PRADHAN, M.K. **Effect of rice husk ash on properties of aluminium alloys: A review.** Materials Today: Proceedings, vol 4, n° 2, part A, pag 486-495. 2017.

VIEIRA, Laércio Evaristo. **Avaliação do comportamento térmico de uma placa cerâmica ao longo do processo de monoqueima em forno a rolos.** 88 pág. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2002.

## APÊNDICE I: Resultados de Porosidade Aparente

A Tabela 17 mostra os dados obtidos para o ensaio de porosidade aparente.

Tabela 17: Resultados de Porosidade Aparente.

Formulação	Porosidade	m.s	m.i	m.u	va
1000-1h	32,6	142	90,3	167	76,7
	35,3	133	84,3	158	73,7
	32,44	133	85,1	156	70,9
	31,46	120	48,9	144	71,1
1000-3h	23,02	143	85,2	161,1	75,9
	18,63	139	83,2	154,5	71,3
	25,08	122	73,9	138,1	64,2
	26,42	124	52,1	143	71,9
1100-1h	16,3	129	72,1	140	67,9
	15,73	135	78,6	146,6	67,4
	14,3	132	72,2	142	69,8
	17,44	136	79,2	148	68,8
1100-3h	14	132	74,3	144,2	84,4
	13,39	133	73,6	145,8	85,9
	12,06	135	73,9	145	69,6
	13,54	133	72,7	142	69,8
1200-1h	3,02	128	62,5	130	67,5
	4,6	162	79,5	166	86,5
	4,72	154	73,3	158	84,7
	4,93	161	83,9	165	81,1
1200-3h	3,82	144	68,6	147	78,4
	3,38	108	50,9	110	59,1
	2,06	126	29,3	128	96,7
	3,06	125	27	128	98

Fonte: Autoria própria.

## APÊNDICE II: Resultados do ensaio de resistência a flexão em três pontos.

A Tabela 18 mostra os dados obtidos para o ensaio de resistência a flexão em três pontos.

Tabela 18: Dados obtidos para os ensaios de resistência a flexão em três pontos.

Nomenclatura	Força (N)	RF	Média (MPa)	Desvio Padrão	Coefficiente de variação (%)
<b>1000-1h</b>	600	10,88	13,41	2,41	18,15
	850,4	15,3	13,41	2,41	18,15
	640,8	11,53	13,41	2,41	18,15
	850	15,41	13,41	2,41	18,15
<b>1000-3h</b>	1421,6	25,59	28,29	1,61	5,78
	1620,8	29,1744	28,29	1,61	5,78
	1600,3	28,8054	28,29	1,61	5,78
	1531,4	27,78	28,29	1,61	5,78
<b>1100-1h</b>	1454,27	26,177	25,33	0,73	2,89
	1400,38	25,2	25,33	0,73	2,89
	1359,19	24,4	25,33	0,73	2,89
	1418,27	25,46	25,33	0,73	2,89
<b>1100-3h</b>	1950,84	35,11	36,59	1,12	3,07
	2050,2	36,9	36,59	1,12	3,07
	2122,37	38,2	36,59	1,12	3,07
	2008,6	36,155	36,59	1,12	3,07
<b>1200-1h</b>	2304,5	41,481	41,13	1,94	4,72
	2394,5	43,101	41,13	1,94	4,72
	2348,57	42,27	41,13	1,94	4,72
	2110,5	37,99	41,13	1,94	4,72
<b>1200-3h</b>	1000	18,14	18,59	4,05	20,13
	1482	26,136	18,59	4,05	20,13
	1025	19,05	18,59	4,05	20,13
	970	17,28	18,59	4,05	20,13

Fonte: Autoria própria.

### APÊNDICE III: Resultados dos ensaios de compressão.

A Tabela 19 mostra os dados obtidos para o ensaio de resistência a compressão.

Tabela 19: Dados obtidos para os ensaios de resistência a compressão.

Nomenclatura	Força (kN)	Área (mm)	Resistência (MPa)	Média	Desvio Padrão	Coefficiente de variância (%)
<b>1000-1h</b>	15,7	26x27	22,36	25,52	2,16	8,46
	17,7	23x27	28,56	25,52	2,16	8,46
	16,8	26x27	23,93	25,52	2,16	8,46
	19,1	26x27	27,2	25,52	2,16	8,46
<b>1000-3h</b>	29,4	27x27	40,33	37,68	2,88	7,64
	28,5	27,66x25,82	39,9	37,68	2,88	7,64
	28,4	27,8x28,8	35,47	37,68	2,88	7,64
	28,00	27,7x29,00	34,85	37,68	2,88	7,64
<b>1100-1h</b>	26,3	29x27	33,59	32,56	1,71	5,2
	27,8	30x26,62	34,81	32,56	1,71	5,2
	24,6	30x26,8	30,59	32,56	1,71	5,2
	23,8	28,71x26,52	31,26	32,56	1,71	5,2
<b>1100-3h</b>	38,8	29x27	49,55	50,375	1,59	3,17
	36,5	26,7x26,7	51,2	50,375	1,59	3,17
	37,33	26,4 x 27,3	51,8	50,375	1,59	3,17
	31,99	24 x 27,6	48,3	50,375	1,59	3,17
<b>1200-1h</b>	11,6	26x27	16,52	16,14	0,3733	2,32
	11,6	26,3x27	16,34	16,14	0,3733	2,32
	11,9	25,8x28,5	16,18	16,14	0,3733	2,32
	10,9	26x27	15,53	16,14	0,3733	2,32
<b>1200-3h</b>	15,1	26,8x29	19,43	19,28	1,3452	6,977
	15,3	27x28	20,24	19,28	1,3452	6,977
	14,5	26,8x27	20,04	19,28	1,3452	6,977
	13,5	27,7x28	17,4	19,28	1,3452	6,977

Fonte: Autoria própria.

## APÊNDICE IV: Cálculos do teste de Tukey

Conforme PERTICARRARI (2017) o cálculo da diferença mínima significativa (DMS) é dado por:

$$DMS = q \cdot \frac{\sqrt[2]{Q_{\text{residual}}}}{\sqrt{I}} \quad \text{Eq (4)}$$

Onde:

DMS = diferença mínima significativa;

q = constante Tabelada;

$Q_{\text{residual}}$  = dado obtido através do teste de ANOVA;

I = número de repetições com que as médias foram calculadas;

Sendo I = 4 e o número de médias trabalhadas J=6, temos:

$$I \cdot J = 6 \cdot 4 = 24$$

Diminuindo o produto I.J do número de médias temos:

$$24 - 6 = 18$$

Os valores 6 e 18 são os dados de entrada da Tabela da Figura 27, que mostra o valor da constante q.

Figura 27: Tabela do Teste de Tukey.

I = número de tratamentos  
n' = número de graus de liberdade do resíduo

I \ n'	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	17,97	26,98	32,82	37,08	40,41	43,12	45,40	47,36	49,07	50,59	51,96	53,20	54,33	55,36	56,32	57,22	58,04	58,83	59,56
2	6,09	8,33	9,80	10,88	11,74	12,44	13,03	13,54	13,99	14,39	14,75	15,08	15,33	15,65	15,91	16,14	16,37	16,57	16,77
3	4,50	5,91	6,83	7,50	8,04	8,48	8,85	9,18	9,46	9,72	9,95	10,15	10,35	10,53	10,69	10,84	10,98	11,11	11,24
4	3,93	5,04	5,76	6,29	6,71	7,05	7,35	7,60	7,83	8,03	8,21	8,37	8,53	8,66	8,79	8,91	9,03	9,13	9,23
5	3,64	4,60	5,22	5,67	6,03	6,33	6,58	6,80	7,00	7,17	7,32	7,47	7,60	7,72	7,83	7,93	8,03	8,12	8,21
6	3,46	4,34	4,90	5,31	5,63	5,90	6,12	6,32	6,49	6,65	6,79	6,92	7,03	7,14	7,24	7,34	7,43	7,51	7,59
7	3,34	4,17	4,68	5,06	5,36	5,61	5,82	6,00	6,16	6,30	6,43	6,55	6,66	6,76	6,85	6,94	7,02	7,10	7,17
8	3,26	4,04	4,53	4,89	5,17	5,40	5,60	5,77	5,92	6,05	6,18	6,29	6,39	6,48	6,57	6,65	6,73	6,80	6,87
9	3,20	3,95	4,42	4,76	5,02	5,24	5,43	5,60	5,74	5,87	5,98	6,09	6,19	6,28	6,36	6,44	6,51	6,58	6,64
10	3,15	3,88	4,33	4,65	4,91	5,12	5,31	5,46	5,60	5,72	5,83	5,94	6,03	6,11	6,19	6,27	6,34	6,41	6,47
11	3,11	3,82	4,26	4,57	4,82	5,03	5,20	5,35	5,49	5,61	5,71	5,81	5,90	5,98	6,06	6,13	6,20	6,27	6,33
12	3,08	3,77	4,20	4,51	4,75	4,95	5,12	5,27	5,40	5,51	5,62	5,71	5,80	5,88	5,95	6,02	6,09	6,15	6,21
13	3,06	3,74	4,15	4,45	4,69	4,89	5,05	5,19	5,32	5,43	5,53	5,63	5,71	5,79	5,86	5,93	6,00	6,06	6,11
14	3,03	3,70	4,11	4,41	4,64	4,83	4,99	5,13	5,25	5,36	5,46	5,55	5,64	5,71	5,79	5,85	5,92	5,97	6,03
15	3,01	3,67	4,08	4,37	4,60	4,78	4,94	5,08	5,20	5,31	5,40	5,49	5,57	5,65	5,72	5,79	5,85	5,90	5,96
16	3,00	3,65	4,05	4,33	4,56	4,74	4,90	5,03	5,15	5,26	5,35	5,44	5,52	5,59	5,66	5,73	5,79	5,84	5,90
17	2,98	3,63	4,02	4,30	4,52	4,71	4,86	4,99	5,11	5,21	5,31	5,39	5,47	5,54	5,61	5,68	5,73	5,79	5,84
18	2,97	3,61	4,00	4,28	4,50	4,67	4,82	4,96	5,07	5,17	5,27	5,35	5,43	5,50	5,57	5,63	5,69	5,74	5,79
19	2,96	3,59	3,98	4,25	4,47	4,65	4,79	4,92	5,04	5,14	5,23	5,32	5,39	5,46	5,53	5,59	5,65	5,70	5,75
20	2,95	3,58	3,96	4,23	4,45	4,62	4,77	4,90	5,01	5,11	5,20	5,28	5,36	5,43	5,49	5,55	5,61	5,66	5,71
24	2,92	3,53	3,90	4,17	4,37	4,54	4,68	4,81	4,92	5,01	5,10	5,18	5,25	5,32	5,38	5,44	5,49	5,55	5,59
30	2,89	3,49	3,85	4,10	4,30	4,46	4,60	4,72	4,82	4,92	5,00	5,08	5,15	5,21	5,27	5,33	5,38	5,43	5,48
40	2,86	3,44	3,79	4,04	4,23	4,39	4,52	4,64	4,74	4,82	4,90	4,98	5,04	5,11	5,16	5,22	5,27	5,31	5,36
60	2,83	3,40	3,74	3,98	4,16	4,31	4,44	4,55	4,65	4,73	4,81	4,88	4,94	5,00	5,06	5,11	5,15	5,20	5,24
120	2,80	3,36	3,69	3,92	4,10	4,24	4,36	4,47	4,56	4,64	4,71	4,78	4,84	4,90	4,95	5,00	5,04	5,09	5,13
∞	2,77	3,31	3,63	3,86	4,03	4,17	4,29	4,39	4,47	4,55	4,62	4,69	4,74	4,80	4,85	4,89	4,93	4,97	5,01

Fonte: Autoria própria.

Então o valor de q é dado por q = 4,5

Para achar os do  $Q_{\text{residual}}$  devemos aplicar o teste de ANOVA nas médias das amostras, para esse processo foi utilizado o software livre PAST 4.03, os resultados encontram-se nas Tabelas 20, 21 e 22.

Tabela 20: Resultados teste de ANOVA - porosidade

FV	GL	SQ	QM	F <sub>calc</sub>
<b>Tratamento</b>	5	2599,31	519,863	172,8
<b>Residual</b>	18	54,1413	<b>3,00785</b>	
<b>Total</b>	23	2653,45		

Fonte: Autoria própria.

Para porosidade  $Q_{\text{residual}} = 3,00785$ .

Tabela 21: Resultados teste de ANOVA - compressão.

FV	GL	SQ	QM	F <sub>calc</sub>
<b>Tratamento</b>	5	3201,13	640,225	155,1
<b>Residual</b>	18	74,3145	<b>4,12858</b>	
<b>Total</b>	23	3275,44		

Fonte: Autoria própria.

Para compressão  $Q_{\text{residual}} = 4,12858$ .

Tabela 22: Resultados teste de ANOVA - Flexão.

FV	GL	SQ	QM	F <sub>calc</sub>
<b>Tratamento</b>	5	2126,69	425,338	79,41
<b>Residual</b>	18	96,41	<b>5,356</b>	
<b>Total</b>	23	2223,1		

Fonte: Autoria própria.

Para flexão  $Q_{\text{residual}} = 5,356$ .

Com os valores de  $Q_{\text{residual}}$  encontrados podemos calcular os DMS, substituindo os valores encontrados nas Tabelas e sendo  $q = 4,5$  e  $I = 4$  encontramos:

$$DMS_{\text{compressão}} = 4,56$$

$$DMS_{\text{flexão}} = 5,20$$

$$DMS_{\text{porosidade}} = 3,83$$