

USO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL NO ESTUDO DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE CERÂMICA VERMELHA INCORPORADA COM LAMA VERMELHA*

*Michelle Pereira Babisk¹
Lucas Fonseca Amaral²
Igor Pereira Burock³
Larissa da Silva Ribeiro⁴
Ulisses Soares do Prado⁵
Sérgio Neves Monteiro⁶
Carlos Maurício Fontes Vieira⁷*

Resumo

O planejamento de experimentos pode ser utilizado visando a incorporação de resíduos em composições de materiais, pois as propriedades do produto final dependem grandemente das proporções dos componentes nas misturas. Durante os processos de beneficiamento de alumina, é gerado um resíduo insolúvel denominado lama vermelha. Além da sílica, a lama vermelha apresenta elevados teores de ferro, além de sódio, cálcio e outros elementos, que podem agregar características importantes aos produtos cerâmicos. A incorporação de resíduos industriais em cerâmica vermelha é muito utilizada devido a heterogeneidade das argilas tradicionais. O objetivo deste trabalho foi utilizar planejamento experimental para estudar a resistência mecânica em cerâmica incorporada com lama vermelha. Foram tomados pontos experimentais, cujos teores dos materiais utilizados variaram de 0 a 100%, e as formulações queimadas a 850, 950 e 1050°C. A resistência mecânica foi avaliada por tensão de ruptura a flexão em três pontos. A argila amarela e as composições contendo maiores percentuais da mesma apresentaram maiores valores de resistência mecânica. Os resultados obtidos no planejamento de misturas mostram que o modelo cúbico especial foi o que mais se ajustou aos resultados reais, e que este é estatisticamente o melhor modelo.

Palavras-chave: Planejamento experimental, Resistência mecânica; Lama vermelha; Cerâmica vermelha.

USE OF EXPERIMENTAL DESIGN IN THE MECHANICAL RESISTANCE STUDY OF RED CERAMICS INCORPORATED WITH RED LAMA

Abstract

Experiment planning can be used to incorporate residues into material compositions as the properties of the final product depend greatly on the proportions of the components in the mixtures. During the processes of alumina processing, an insoluble residue called red mud is generated. In addition to silica, red mud presents high levels of iron, as well as sodium, calcium and other elements, which can add important characteristics to ceramic products. The incorporation of industrial waste in red ceramics is widely used due to the heterogeneity of traditional clays. The objective of this work was to use experimental design to study the mechanical strength in ceramic incorporated with red mud. Experimental points were taken, whose contents of the materials used ranged from 0 to 100%, and the formulations fired at 850, 950 and 1050 ° C. The mechanical strength was evaluated by rupture flexural stress at three points. The yellow clay and the compositions containing the highest percentages of the same showed higher values of mechanical resistance.

The results obtained in the planning of mixtures show that the special cubic model was the one that most adjusted to the real results, and that this is statistically the best model..

Keywords: Experimental design; Mechanicalresistance; Redmud; Redceramics..

- ¹ *Física, Doutora, Pós Doutoranda, Laboratório de Materiais Avançados, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.*
- ² *Engenheiro Industrial Madeireiro, Mestre, Doutorando, Laboratório de Materiais Avançados, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.*
- ³ *Engenheiro Ambiental, Mestre, Departamento de Matemática, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil.*
- ⁴ *Engenheira Metalúrgica e de Materiais, Graduanda, Bolsista de Iniciação Científica, Laboratório de Materiais Avançados, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.*
- ⁵ *Engenheiro de Materiais, Doutor, Consultor, Lining, Representação Consultoria e Projetos Ltda, São Roque, SP, Brasil.*
- ⁶ *Engenheiro Metalúrgico, Doutor, Professor, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁷ *Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Laboratório de Materiais Avançados, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

O planejamento de experimentos pode ser feito não só visando melhoria nas propriedades, como também uma utilização racional do ponto de vista de um melhor aproveitamento das matérias-primas, bem como a incorporação de resíduos em composições. O uso do delineamento de composições cresce continuamente, pois muitos materiais são formados pela mistura de componentes e as propriedades do produto final dependem das proporções dos componentes nas misturas [1, 2].

A incorporação de resíduos industriais em cerâmica vem sendo muito utilizada atualmente na busca de matérias-primas alternativas, e também buscando uma destinação ambientalmente correta aos resíduos que poluem. O Brasil é atualmente o décimo primeiro maior produtor mundial de alumínio e terceiro de alumina. A alumina é obtida por meio do processamento químico da bauxita, conhecido como processo Bayer, durante esse processo é gerado um resíduo insolúvel denominado de lama vermelha [3-5]. Muitas pesquisas vem sendo realizadas visando à reutilização da lama vermelha [6-11].

Não existe uma definição da proporção exata entre a quantidade de alumina produzida e quantidade de lama vermelha gerada, a qualidade da bauxita influencia diretamente na quantidade da lama gerada. Esta questão acaba se refletindo na falta de consenso na literatura sobre a quantidade de lama vermelha gerada anualmente no mundo, porém estima-se que a geração mundial atinge milhões de toneladas por ano [12-14].

Além da sílica, a lama vermelha apresenta elevados teores de ferro, além de sódio, cálcio e outros elementos fundentes, que podem agregar características importantes aos produtos cerâmicos. Este trabalho teve por objetivo avaliar o efeito da incorporação da lama vermelha em cerâmica vermelha, utilizando como ferramenta o planejamento experimental em rede simplex. As proporções dos materiais foram calculadas matematicamente, e após o modelo numérico estabelecido para a resposta de interesse, seguiu-se uma comprovação experimental da eficiência dos modelos gerados por meio da análise de variância.

2 METODOLOGIA

As matérias primas utilizadas foram a lama vermelha, cedida pela Companhia Brasileira de Alumínio, massa cerâmica de argila amarela fraca e forte de Campos dos Goytacazes e argila verde de Itaboraí, cedidas pela Cerâmica Sardinha. Após coleta, as matérias-primas foram secas em estufa a 110°C até peso constante para retirada da água residual, e posteriormente foram desagregadas em almofariz de porcelana até passagem completa em peneira de 20mesh (0,84mm).

Para a determinação da superfície de respostas da resistência mecânica, foram adotados três modelos numéricos, compreendendo a quantidade mínima de pontos para a geração dos modelos: Linear (3 pontos), Quadrático (6 pontos) e Cúbico especial (7 pontos). Tomou-se como base 16 pontos experimentais no planejamento em rede simplex. Considerando que nem todos os pontos distribuídos pela região experimental foram usados para a montagem dos modelos, os excedentes serviram de comprovação experimental para os modelos gerados numericamente.

O sistema de misturas e respostas é representado matricialmente na forma da Eq. 1:

$$\hat{y} = Xb \quad (1)$$

onde \hat{y} e b são as matrizes contendo respectivamente, os valores previstos pelo modelo e as estimativas dos parâmetros. X representa a matriz de composição das misturas.

Foi utilizado o software Statistica para a geração de gráficos estatísticos e superfícies de respostas dos modelos matemáticos, o módulo do software utilizado foi “experimental design”, com a opção “mixture design triangular surfaces”, adequado para misturas ternárias e geração de superfícies de respostas.

Para testar a eficiência dos modelos alguns testes estatísticos foram empregados, na filosofia de planejamento e otimização de experimentos de Barros Neto (1995) [15].

Para confecção dos corpos de prova, as massas das misturas preparadas foram umedecidas com 8% de água e conformadas por prensagem uniaxial em prensa hidráulica, em uma pressão de compactação de 20MPa em matriz retangular de aço (114 x 25mm), posteriormente secos em estufa a 110°C por 24 horas e queimados à 850, 950 e 1050°C. Foi utilizada uma taxa de aquecimento de 2°C/min, até atingir a temperatura de patamar, mantida por 120min. O resfriamento foi realizado por convecção natural, desligando-se o forno.

A resistência mecânica foi avaliada por tensão de ruptura a flexão em três pontos de acordo com a norma ASTM C674-77 [16].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 lista as nomenclaturas usadas para misturas de três componentes.

Tabela 1. Nomenclatura utilizada.

Misturas - Pontos experimentais	Matriz de composição das misturas - X			Componentes originais (% peso)		
	x_1	x_2	x_3	Argila amarela	Argila verde	Lama vermelha
x_1	1	0	0	100	0	0
x_2	0	1	0	0	100	0
x_3	0	0	1	0	0	100
x_{12}	1/2	1/2	0	50	50	0
x_{23}	0	1/2	1/2	0	50	50
x_{13}	1/2	0	1/2	50	0	50
x_{1112}	3/4	1/4	0	75	25	0
x_{1222}	1/4	3/4	0	25	75	0
x_{2223}	0	3/4	1/4	0	75	25
x_{2333}	0	1/4	3/4	0	25	75
x_{1333}	1/4	0	3/4	25	0	75
x_{1113}	3/4	0	1/4	75	0	25
x_{1123}	2/3	1/6	1/6	66	17	17
x_{1223}	1/6	2/3	1/6	17	66	17
x_{1233}	1/6	1/6	2/3	17	17	66
x_{123}	1/3	1/3	1/3	33	33	33

Consideram-se ainda os pontos excedentes, que foram confeccionados para o teste dos modelos e, sendo assim, excedem os pontos necessários para a elaboração dos mesmos.

A resistência mecânica, ou tensão na qual o material se rompe, é a propriedade mais importante para os materiais estruturais. Todos os materiais se rompem ou fraturam quando submetidos a um carregamento com uma força muito elevada seja ela de tração ou de compressão. O método mais apropriado para a sistematização desse estudo é aquele que utiliza o conceito de tensão. Para essa pesquisa foi utilizada a tensão de ruptura a flexão.

A Figura 1 apresenta os valores médios e desvios padrão da resistência mecânica das matérias primas estudadas e queimadas nas temperaturas de 850, 950 e 1050°C. Nota-se que a resistência mecânica aumenta significativamente com o aumento de temperatura para os corpos de prova confeccionados com argila amarela e lama vermelha. Isto ocorre devido aos mecanismos de sinterização que possibilitam maior formação de fase líquida reduzindo assim a porosidade do material e promovendo uma melhor consolidação das partículas.

De modo geral observa-se que a resistência mecânica dos corpos de prova confeccionados com argila amarela é maior que com argila verde e com lama vermelha. A resistência mecânica para a argila verde se manteve praticamente constante para as três temperaturas, cerca de $3,64 \pm 0,27$ MPa, isto é devido ao caráter inerte do quartzo nas três temperaturas estudadas, este mineral é mais abundante na argila verde [17]. O quartzo pode atuar como um concentrador de tensão, bem como gerar eventuais trincas, acarretadas pela sua transformação alotrópica. Porque quando é aquecido, o quartzo α estável, que é a forma alotrópica da sílica estável à temperatura ambiente expande-se uniformemente até 573°C, quando ocorre a transformação reversível do quartzo α em quartzo β estável. Esta transformação, de estrutura romboédrica para hexagonal, é acompanhada de uma expansão volumétrica [18].

A evolução dos resultados de resistência mecânica com o aumento de temperatura para os corpos de prova confeccionados com lama vermelha sugestionam que ocorreu sinterização.

De acordo com Santos (1989) a resistência mínima desejada para fabricação de tijolos de alvenaria é de 2 MPa, para tijolos furados é de 5,5 MPa e para telhas é de 6,5 MPa. Os resultados obtidos para a argila amarela nas temperaturas de 950 e 1050°C estão acima da resistência mínima para fabricação das três peças citadas, sendo para a temperatura de 850°C apropriada para produção somente de tijolos de alvenaria. A argila verde, nas três temperaturas investigadas, se enquadra somente para fabricação de tijolos de alvenaria, e a lama vermelha é dependente da temperatura de queima, sendo que para 850°C ficaria abaixo da resistência mínima para quaisquer dos produtos citados, a 950°C se enquadraria para produção de tijolos de alvenaria, e a 1050°C para fabricação de tijolos de alvenaria, tijolos furados e telhas cerâmicas [19].

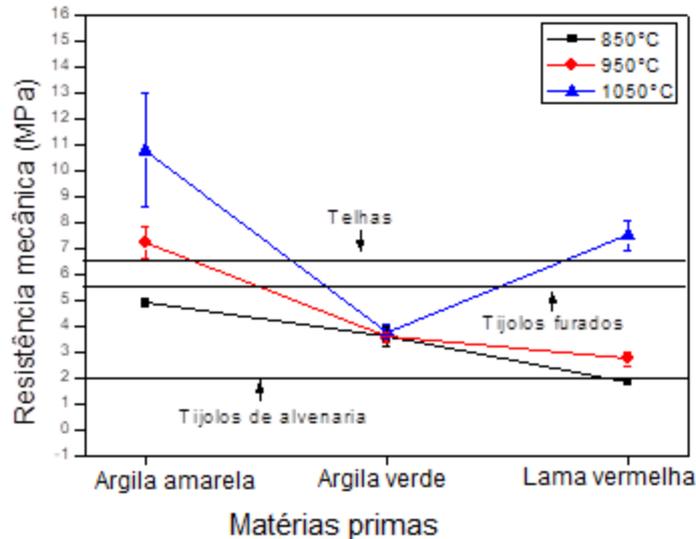


Figura 1. Resistência mecânica das matérias primas.

Expandindo-se as matrizes representadas na Equação 1 têm-se as equações dos modelos com seus respectivos parâmetros b calculados. Seguem-se os três modelos matemáticos gerados por meio do planejamento experimental, sequencialmente para as temperaturas estudadas (850, 950 e 1050°C), assim como um comparativo entre a eficiência dos modelos e análise estatística e teste de Fisher para o modelo que apresentou melhor ajuste.

Modelo linear

$$\hat{y} = 3,78x_1 + 2,59x_2 + 0,39x_3 \quad (2)$$

$$\hat{y} = 5,35x_1 + 2,28x_2 + 1,14x_3 \quad (3)$$

$$\hat{y} = 8,93x_1 + 2,82x_2 + 3,17x_3 \quad (4)$$

Modelo quadrático

$$\hat{y} = 4,89x_1 + 3,79x_2 + 2,11x_3 - 4,73x_1x_2 - 8,83x_2x_3 + 8,17x_1x_3 \quad (5)$$

$$\hat{y} = 7,29x_1 + 3,81x_2 + 2,46x_3 - 10,48x_1x_2 - 6,38x_2x_3 - 9,09x_1x_3 \quad (6)$$

$$\hat{y} = 11,52x_1 + 5,26x_2 + 5,78x_3 - 13,32x_1x_2 - 13,5x_2x_3 - 14,47x_1x_3 \quad (7)$$

Modelo cúbico especial

$$\hat{y} = 4,68x_1 + 3,58x_2 + 1,89x_3 - 2,36x_1x_2 - 6,48x_2x_3 - 5,8x_1x_3 - 38,9x_1x_2x_3 \quad (8)$$

$$\hat{y} = 7,08x_1 + 3,59x_2 + 2,25x_3 - 8,04x_1x_2 - 3,96x_2x_3 - 6,66x_1x_3 - 39,9x_1x_2x_3 \quad (9)$$

$$\hat{y} = 11,13x_1 + 4,86x_2 + 5,38x_3 - 8,89x_1x_2 - 9,11x_2x_3 - 10,04x_1x_3 - 72,65x_1x_2x_3 \quad (10)$$

A Tabela 2 mostra o resultado de dezesseis respostas obtidas para os respectivos modelos (\hat{y}) e os dezesseis valores médios de observações em triplicata, obtidas nos ensaios (\bar{y}).

Tabela 2. Comparação entre os valores médios observados (\bar{y}) e os valores previstos pelos modelos (\hat{y}).

	850°C				950°C				1050°C			
	\bar{y}	\hat{y}			\bar{y}	\hat{y}			\bar{y}	\hat{y}		
		Linear	Quadrático	Cúbico especial		Linear	Quadrático	Cúbico especial		Linear	Quadrático	Cúbico especial
X ₁	4,87	3,78	4,89	4,68	7,21	5,35	7,29	7,08	10,76	8,93	11,52	11,13
X ₂	3,57	2,59	3,79	3,58	3,56	2,28	3,81	3,59	3,79	2,82	5,26	4,86
X ₃	1,84	0,39	2,11	1,89	2,74	1,14	2,46	2,25	7,48	3,17	5,78	5,38
X ₁₂	3,42	3,19	3,16	3,54	3,75	3,82	1,64	3,33	5,84	5,88	5,06	5,77
X ₂₃	1,41	1,49	0,74	1,22	2,53	1,71	1,54	1,93	3,40	3,00	2,15	2,84
X ₁₃	2,03	2,09	1,46	1,84	3,71	3,25	2,60	3,00	6,94	6,05	5,03	5,75
X ₁₁₁₂	3,70	3,48	3,73	3,96	3,90	4,58	4,46	4,70	6,86	7,40	7,46	7,90
X ₁₂₂₂	4,02	2,89	3,18	3,41	3,18	3,05	2,72	2,96	5,61	4,35	4,33	4,76
X ₂₂₂₃	1,78	2,04	1,71	1,94	2,37	2,00	2,28	2,51	4,16	2,91	2,86	3,28
X ₂₃₃₃	1,03	0,94	0,87	1,10	1,42	1,43	1,60	1,84	2,11	3,08	3,12	3,54
X ₁₃₃₃	1,30	1,24	1,27	1,50	1,28	2,19	1,96	2,21	2,21	4,61	4,50	4,94
X ₁₁₁₃	2,62	2,93	2,66	2,90	4,44	4,30	4,38	4,62	9,31	7,49	7,37	7,81
X ₁₁₂₃	2,36	3,02	2,56	2,22	3,63	4,14	3,55	3,21	5,11	6,95	6,06	5,42
X ₁₂₂₃	0,96	2,42	1,96	1,62	1,20	2,60	2,04	1,69	2,55	3,90	3,01	2,37
X ₁₂₃₃	0,73	1,32	0,83	0,49	1,01	2,03	1,48	1,14	1,64	4,07	3,17	2,53
X ₁₂₃	0,47	2,25	1,18	0,32	0,86	2,92	1,64	0,76	1,86	4,97	2,93	1,32
	Σe	6,93	3,18	2,62	Σe	8,58	4,20	3,73	Σe	16,08	13,27	9,81
	\bar{e}	0,53	0,32	0,29	\bar{e}	0,66	0,42	0,41	\bar{e}	1,24	1,33	1,09

Σe = Soma dos resíduos / \bar{e} = Média

Considerando a diferença evidente entre os resultados obtidos pelos modelos (\hat{y}) e os resultados obtidos experimentalmente (\bar{y}), foi feita a análise de variância (ANOVA), de onde se obteve o coeficiente R^2 que representa o ajuste do modelo aos resultados reais, que é a razão entre as somas quadráticas devido à regressão e a soma quadrática total. Quando a % da regressão é muito baixa quer dizer que o modelo não é o mais adequado para o caso, e que um novo modelo deve ser postulado. As maiores percentagens de variação explicada pela regressão (R^2) foram para o modelo cúbico especial, de 92,50% para 850°C, 89,07% para 950 °C e 76,42% para 1050°C.

Verificando-se que a equação de regressão gerada pelo modelo possui um bom ajuste, aplicou-se então o Critério de Fisher (teste F). As médias quadráticas podem ser usadas para testar se a equação de regressão é estatisticamente significativa. Adotando-se 95% de probabilidade tem-se para as três temperaturas, respectivamente, que:

$$MQ_R/MQ_I > 5. F_{6,41} \rightarrow 84,27 > 11,68 \quad (11)$$

$$MQ_R/MQ_I > 5. F_{6,41} \rightarrow 55,69 > 11,68 \quad (12)$$

$$MQ_R/MQ_I > 5. F_{6,41} \rightarrow 22,15 > 11,68 \quad (13)$$

Uma comparação entre os dois valores pelo teste F , indica uma regressão significativa, quanto maior a razão das médias, maior a evidência estatística da regressão com os resultados obtidos.

A superfície de resposta gerada pelo modelo cúbico especial nas três temperaturas e os pontos de ensaios são representados nas Figuras 2. As matérias-primas, argila amarela, argila verde e lama vermelha, estão representadas nos vértices do triângulo da superfície de resposta da correspondem às proporções máximas de 100%, em massa.

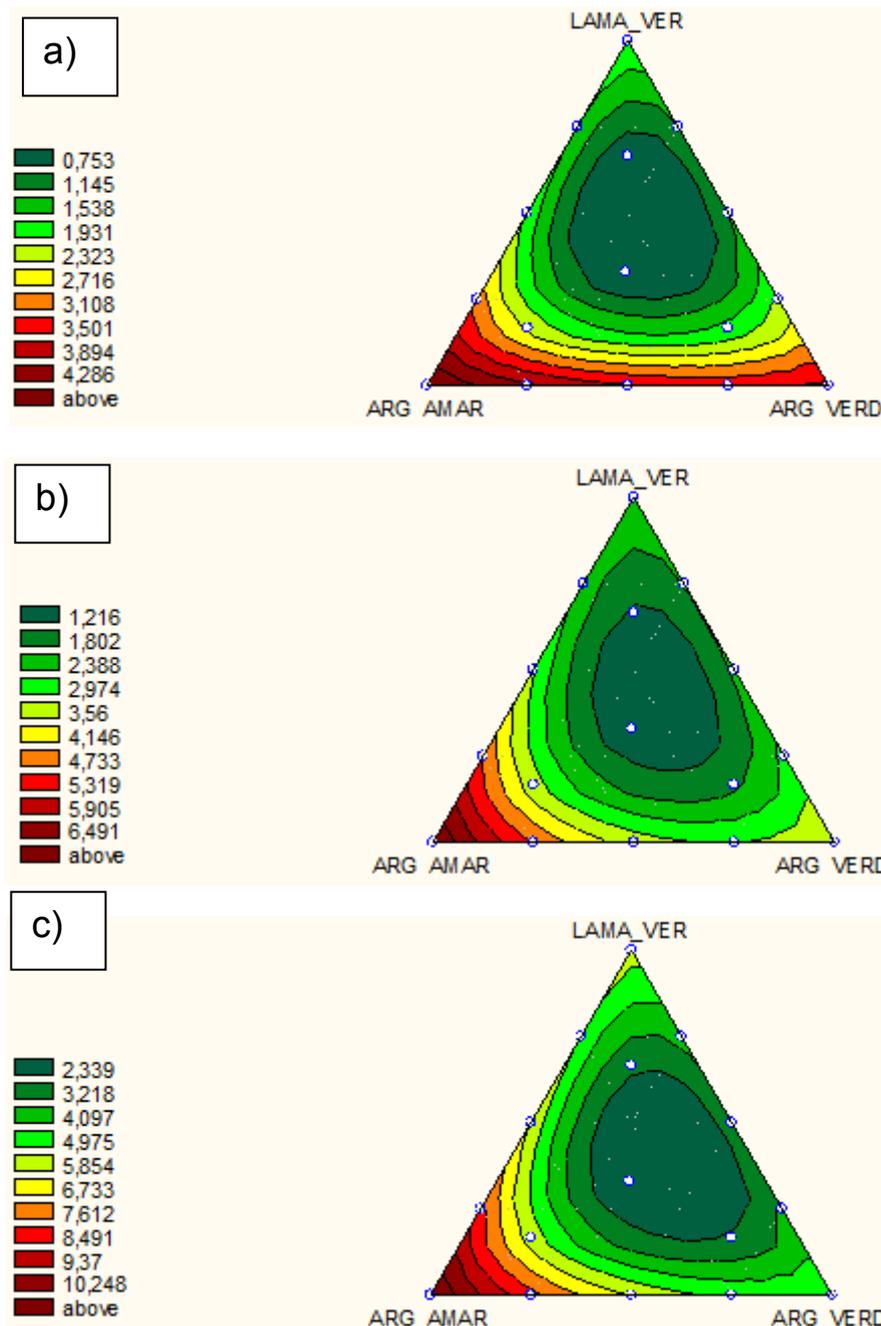


Figura 2. Superfície de resposta em curvas de nível do modelo cúbico especial para as temperaturas de 850 (a), 950 (b) e 1050°C (c).

A análise da superfície de resposta comprova que para um mesmo resultado esperado existem inúmeros traços possíveis com mesmo comportamento, ou seja, as curvas de iso-resposta delimitam faixas onde a resistência mecânica apresenta o mesmo comportamento.

Na superfície do triângulo estão distribuídas as faixas de resistência mecânica correspondentes aos valores indicados pelas cores na coluna à esquerda. Dentro dessa região pode-se inferir o valor de resistência mecânica para quaisquer composições em pontos que se queira.

4 CONCLUSÕES

A resistência mecânica dos corpos de prova confeccionados com argila amarela é maior que com argila verde e com lama vermelha. Houve uma evolução dos resultados de resistência mecânica com o aumento de temperatura para os corpos de prova confeccionados com lama vermelha, que sugere que ocorreu sinterização. Para as composições elaboradas, as que continham maiores percentuais de argila amarela, independente da outra matéria-prima mantiveram os maiores valores de resistência.

A utilização do planejamento experimental em rede simplex mostrou-se uma ferramenta viável para avaliar a resistência mecânica de cerâmica incorporada com lama vermelha. Os resultados obtidos no planejamento de misturas mostram que para as três regiões experimentais propostas, o modelo cúbico especial foi o que mais se ajustou aos resultados reais, e que este é estatisticamente o melhor modelo matemático.

Utilizando a superfície de resposta gerada no planejamento experimental, pode-se determinar faixas de misturas contínuas para um mesmo valor de resistência mecânica, aumentando assim todas as possíveis faixas de proporção das matérias-primas, reduzindo o custo e a extração de argilas mantendo o mesmo desempenho, principalmente aumentando a adição de lama vermelha, dando assim uma destinação ambientalmente correta para esse resíduo gerado na ordem de milhões de toneladas.

REFERÊNCIAS

- 1 Alexandre J. Análise de matéria-prima e composições de massa utilizada em cerâmicas vermelhas. Tese (Doutorado em Ciências). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes-RJ. 2000.
- 2 Cornell, JA. Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixtures data, 2nd Ed. 1990.
- 3 ABAL. Associação Brasileira do Alumínio. Acesso em: out. 2017. Disponível em: <http://www.abal.org.br>.
- 4 Silva Filho EB, Alves MCM, da Motta M. Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas. Revista Matéria, v. 12, n. 2, pp. 322 – 338, 2007.
- 5 Li R, Zhang T, Liu Y, Lv G, Xie L. "Calcification-carbonation method for red mud processing". *J. Hazard. Mater.*, 316, pp. 94-101, 2016.
- 6 Babisk MP, Altoé TP, Lopes HJO, Prado US, Gadioli MCB, Almeida LLP, Monteiro SN, Vieira CMF. Characterization of a Red Mud and a Clay Body for Ceramic Fabrication. *Mater. Sci. Forum*, 514-519, 2014.
- 7 Yang JK, Fan C, Hou J, Xiao B, Liu W. "Engineering application of basic level materials of red mud high level pavement". *Chin. Mun. Eng.* vol. 123, pp. 7-9, 2006.

- 8 Doodoo-Arhin D, Nuamah RA, Agyei-Tuffour B, ObadaDOAbu Yaya. “Awaso bauxite red mud-cement based composites: Characterization for pavement applications”. *Case Studies in Construction Materials*. pp. 45-55, 2017.
- 9 Ribeiro LS, Babisk MP, Prado US, Monteiro SN, Vieira CMF. “Incorporation of in Natura and Calcined Red Muds into Clay Ceramic”. *Materials Research*. 18(Suppl 2): 279-282, 2015.
- 10 Ri-XinL, Chi-Sun P. “Utilization of red mud derived from bauxite in self-compacting concrete”. *Journal of Cleaner Production*. 112, pp. 384-391, 2016.
- 11 Songhui L, Xuemao G, Saisai Z, Zhenzhen D, Chunhua F, Haibo Z, Shuqiong L. “Sintered bayer red mud based ceramic bricks: Microstructure evolution and alkalis immobilization mechanism”. *Ceramics International*. 15, pp. 13004-13008, 2017.
- 12 Mercury JMR, Galdino LG, Vasconcelos NSLS, Paiva AEM, CabralAA, Angélica RS. Estudo do comportamentotérmico e propriedadesfísico-mecânicas da lama vermelha. *RevistaMatéria*, v. 15, n. 3, pp. 445 – 460, 2010.
- 13 Zhu X, Li W, Guan X. “An active dealcalization of red mud with roasting and water leaching”. *J. Hazard. Mater.*, 286, pp. 85-91, 2015.
- 14 Prado US, Martinelli JR, SeneFF, Bressiani JC. Obtenção de vidros e vitrocerâmicasutilizando lama vermelhageradanaprodução do alumínio. In: 50º CongressoBrasileiro de Cerâmica, Blumenau, SC, 2006.
- 15 Barros Neto B, Spacino IS, Bruns RE Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na indústria, 2ª Ed., Editora da Unicamp, Campinas, SP (2003).
- 16 ASTM. American Society for testing and Materials. “Flexural properties of ceramic white ware materials”. C 674-77 USA, 1977.
- 17 Babisk MP, Ribeiro AP, Monteiro SN, Vieira CMF. “Development of Ceramics Based on Clays from Different Regions in the State of Rio de Janeiro, Brazil”. *Mater. Sci. Forum*, 805, 530-535, 2015.
- 18 Peixoto F. Regeneraçãotérmica de areialigadaquimicamente. Dissertação de Mestrado. Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville-SC, 2003.
- 19 Santos PS. Ciências e tecnologia de argilas. Vol I e II, São Paulo, Ed Edgard Blucher, Ltda. 1989.