

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

Tuani Zat

**POTENCIAL VALORIZAÇÃO DO LODO DE ESTAÇÃO DE
TRATAMENTO DE ESGOTO COMO MATÉRIA PRIMA PARA
PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

Santa Maria, RS
2021

Tuani Zat

**POTENCIAL VALORIZAÇÃO DO LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO
COMO MATÉRIA PRIMA PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

Dissertação de mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), como requisito parcial para a obtenção do título de **Mestre em Engenharia Civil**.

Orientador: Dr. Gihad Mohamad
Coorientador: Dr. Erich David Rodríguez Martínez

Santa Maria, RS
2021

Zat, Tuani
POTENCIAL VALORIZAÇÃO DO LODO DE ESTAÇÃO DE
TRATAMENTO DE ESGOTO COMO MATÉRIA PRIMA PARA PRODUÇÃO DE
BLOCOS CERÂMICOS / Tuani Zat.- 2021.
71 p.; 30 cm

Orientador: Gihad Mohamad
Coorientador: Erich David Rodríguez Martínez
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Maria, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil, RS, 2021

1. Lodo de esgoto 2. Materiais cerâmicos 3. Estação de
tratamento de esgoto 4. Valorização de resíduos I.
Mohamad, Gihad II. Rodríguez Martínez, Erich David III.
Título.

Tuani Zat

**POTENCIAL VALORIZAÇÃO DO LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO
COMO MATÉRIA PRIMA PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

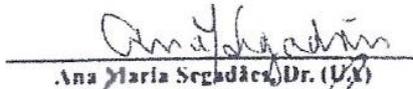
Aprovado em 26 de abril de 2021:



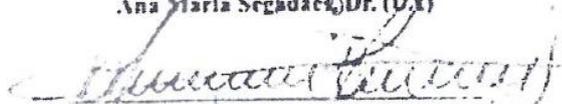
Gibran Mohamad, Dr. (UFSM)
(Presidente/Orientador)



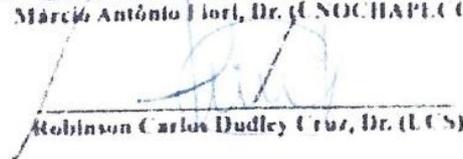
Erich David Rodríguez Martínez, Dr. (UFSM)
(Coorientador)



Ana Maria Segadães, Dr. (UFSM)



Márcio Antônio Fiori, Dr. (NOCHAPLA (U))



Robinson Carlos Dudley Cruz, Dr. (UCS)

DEDICATÓRIA

A minha família e a todos que contribuíram para que eu chegasse até aqui.

AGRADECIMENTOS

Durante este período muitas pessoas e instituições foram imprescindíveis para que esta pesquisa fosse realizada, de forma que nada faria sentido se não fosse extremamente grata a todos.

Agradeço primeiramente ao meu orientador Prof. Dr. Gihad Mohamad, e coorientador Prof. Dr. Erich D. Rodríguez pelos ensinamentos, apoio e compreensão. O conhecimento dos mesmos se tornou um guia para que esta pesquisa fosse realizada.

Agradeço as instituições que de alguma ou outra forma tornaram possível a realização do projeto proposto, Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), São Gabriel Saneamento S.A., Pauluzzi Cerâmicas Santa Maria Ltda, Fundação de Apoio na Tecnologia e Ciência (FATEC), Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM), Grupo de Estudos e Pesquisas em Pavimentação e Segurança Viária (GEPPASV), Laboratorio de Materiais de Construção Civil (LMCC), Instituto de Materiais Cerâmicos (IMC-UCS) e Laboratório de Inovação em Cimentos Ecoeficientes (LINCE-UFRGS).

Também agradeço ao Grupo de Estudos em Materiais Sustentáveis na Construção (GEMASC) e a todos os seus membros, em especial as minhas colegas de caminhada no mestrado e na vida, Jessica de Gasperi e Mariana Bandeira que tornaram tudo possível, e aos bolsistas que trabalharam diretamente no projeto de materiais cerâmicos, Heliton Weide, Eduardo Steffler Werner, Leonardo Pavinatto, Carlos Eduardo Michelin e Luiz Henrique Justen.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC), colegas e professores pela troca de conhecimento, experiências, conselhos e empatia. Em especial ao Prof. Dr. André Lübeck pela constante ajuda e disposição, e ao colega Me. Silvio Lisboa Schuster pela intensa dedicação com esta pesquisa.

E por fim agradeço a minha família e amigos mais próximos que nunca mediram esforços para demonstrar apoio nos momentos difíceis e desafiadores que enfrentamos. Saber que os tenho me fez seguir em frente.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

“A ciência ainda não nos provou se a
loucura é ou não o mais sublime da
inteligência.”
Edgar Allan Poe

RESUMO

POTENCIAL VALORIZAÇÃO DO LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO COMO MATÉRIA PRIMA PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS

AUTOR: Tuani Zat

ORIENTADOR: Gihad Mohamad

O lodo de esgoto é um resíduo amplamente produzido e está diretamente ligado ao crescimento populacional e ao desenvolvimento econômico. As estações de tratamento de águas residuais são responsáveis pela geração do lodo de esgoto que é classificado como resíduo não perigoso classe II-A (não inerte), de acordo com a NBR 10004 (2004a) e é comumente descartado em aterros sanitários. Um caminho alternativo para a sua destinação é o uso como matéria prima na produção de cerâmicas vermelhas, onde baixos teores (< 5%) permitem obter produtos de qualidade adequada e comparável aos que estão disponíveis no mercado atualmente. Sendo assim, o objetivo desta pesquisa é avaliar os efeitos da inclusão do lodo de esgoto em bases argilosas utilizadas como matéria prima na produção de blocos cerâmicos estruturais. Diferentes teores de lodo de esgoto em substituição de argila (de 0% a 15% em peso seco) foram estudados e a umidade das misturas foi adaptada de acordo com a variação do comportamento reológico apresentado por cada mistura. As misturas otimizadas foram utilizadas na produção de blocos por extrusão em escala reduzida (1:5). Foram avaliadas propriedades físicas e mecânicas dos blocos após a queima, determinando a estabilidade dimensional, absorção de água, densidade e resistência à compressão e os resultados comparados com os limites recomendados pelas normas brasileiras pertinentes. A adição de lodo de esgoto influenciou na diminuição da resposta elástica do material, tendo efeito no processo de extrusão e requerendo maior umidade nas misturas. A retração linear total após secagem e queima, bem como a absorção de água, estiveram dentro dos limites exigidos para blocos cerâmicos para todos os teores de lodo. Os resultados para a resistência à compressão dos blocos calcinados também demonstram que a incorporação de até 15% de lodo de esgoto na mistura de argila é viável para a produção de blocos de cerâmica extrudados.

Palavras-chave: Lodo de esgoto. Materiais cerâmicos. Estação de tratamento de esgoto. Valorização de resíduos.

ABSTRACT

SEWAGE SLUDGE POTENCIAL VALORIZATION AS RAW MATERIAL FOR PRODUCTION OF CERAMIC BLOCKS

AUTHOR: Tuani Zat
ADVISOR: Gihad Mohamad

Sewage sludge is an extensively produced residue directly related to population growth and economic development. Wastewater treatment plants generate sewage sludge classified as a not dangerous residue class II-A (not inert) according to NBR 10004 (2004a), which is commonly discharged in sanitary landfills. An alternative for the destination of this residue is the use as raw material in the production of red ceramics, in which low contents (< 5%) enable the obtainment of products with good quality and comparable to those currently available. Thus, this study aimed to evaluate the effect of adding sewage sludge to clay used as raw material in the production of structural ceramic blocks. Different contents of sewage sludge were used replacing clay (from 0% to 15% in dry weight), and the water content was adapted based on variations of the rheological behavior for each mix. The optimized mixtures were utilized to produce ceramic blocks by extrusion in a reduced scale (1:5). Physical and mechanical characteristics of the blocks after firing were analyzed, such as dimensional stability, water absorption, bulk density, and compressive strength, and the results were evaluated considering the limits recommended by Brazilian standards. The mixtures with sewage sludge exhibited a reduced elastic response, which affected the extrusion process; consequently, they required more water. The values of total linear shrinkage after drying and firing and water absorption obtained were within the limits established for ceramic blocks for all the sludge contents utilized. The compressive strength results of the blocks also indicated that up to 15% of sludge can be incorporated into clay mixtures to produce extruded ceramic blocks.

Keywords: Sewage sludge. Ceramic materials. Wastewater treatment plant. Waste valorization.

LISTA DE FIGURAS

APRESENTAÇÃO

Figura 1 - Sistema básico de tratamento de esgoto.....	20
Figura 2 - Esquema do processo de produção de cerâmicas vermelhas.....	26
Figura 3 - Parâmetros reológicos obtidos no teste de varredura de amplitude.....	30
Figura 4 - Fluxograma das atividades.....	36
Figura 5 - Algumas etapas do sistema de tratamento (a) gradeamento; (b) tanques Imhoff e (c) dispensador sob leito de pedra.....	40
Figura 6 - Tanque de secagem do lodo de esgoto.....	40
Figura 7 - Argilas utilizadas na produção da cerâmica. Sendo (A) argila vermelha (B) argila escura e (C) argila clara.....	41
Figura 8 - Geometria dos blocos produzidos em comparação à escala real (medidas em cm)....	42
Figura 9 - Misturador.....	43

ARTIGO I

Figure 1. Sample preparation and torsional test used for the rheological measurements. A. Stainless steel molds used to shape the prismatic test-samples; B. Sample holder used in the torsional test; C. Prismatic test-sample in the rheometer ready for the torsional test.....	50
Figure 2. Ceramic brick produced by the laboratory extrusion. A. Shape and dimensions of the 1:5 reduced scale brick produced; B. Extruded green body; C. Final fired brick.....	51
Figure 3. Scanning electron microscopy micrograph of the dried sewage sludge (SS-WWTPS).....	52
Figure 4. Characterization of the sewage sludge (SS-WWTP): A. Mineralogical composition (XRD); B. Thermogravimetric analysis.....	53
Figure 5. Mineralogical composition (XRD) of the clays. A. Red clay (RC); B. Dark clay (DC); C. Bright clay (BC).....	54
Figure 6. Results obtained from the rotational amplitude sweep test for the reference mixture (0 wt.% SS-WWTP) with different moisture contents (extrudability window highlighted in green): A. Storage modulus; B. Loss modulus. Images of the actual extrusion process: C. Low moisture content; D. High moisture content; E. Best moisture content.....	56
Figure 7. Results obtained from the rotational amplitude sweep test for the blends with different SS-WWTP contents. A. 2 wt.%; B. 5 wt.%; C. 10 wt.%; D. 15 wt.%. Extrudability window for the reference mixture (0 wt.% SS-WWTP, as seen in Figure A and B) is highlighted in green.....	57
Figure 8. Dimensional assessment of the ceramic brick during the production process. A. Linear deformation after drying and firing; B. Dimensional scattering (standard deviation of measurements) of the ceramic product.....	59
Figure 9. Bricks produced with different sludge contents A. 0-SS; B. 2-SS; C. 5-SS; D. 10-SS; E. 15-SS (see Table 5 for sample ID).....	59
Figure 10. Compressive strength of the bricks. A. Average compressive strength and standard deviation; B. Weibull distribution analysis (m : Weibull modulus; σ_θ : characteristic strength; and R^2 : coefficient of determination).....	60

LISTA DE TABELAS

APRESENTAÇÃO

Tabela 1 - Metais pesados no Brasil.....	23
Tabela 2 - Ensaio realizados.....	37
Tabela 3 Umidade das misturas plásticas para o processo de extrusão.....	42

ARTIGO I

Table 1. Sample ID, content of SS-WWTP and moisture (wt.%) used in the torsional oscillation tests for the assessment of plasticity/consistency of the blends.....	50
Table 2 Chemical composition of the sludge (XRF, expressed as oxides) and total metal content determined by leaching (NBR-10005) and solubilization (NBR-10006) through Standard Methods for the examination of water and wastewater (SMEWW).....	52
Table 3 Chemical composition (XRF, expressed as oxides) and some physical properties of the clays used.....	53
Table 4. Atterberg limits of the green clays/SS-WWTP blends.....	55
Table 5. Moisture of the plastic mixture for the extrusion process.....	58
Table 6. Analysis of variance of the compressive strength (ANOVA, significant at p -level=0.05).....	61
Table 7. Water absorption and bulk density of the ceramic bricks.....	61
Table 8. Solubilization of the ceramic brick (in mg/L) with 0 and 5% of sludge.....	62

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 JUSTIFICATIVA.....	16
1.2 OBJETIVOS.....	17
1.2.1 Objetivo geral.....	17
1.2.2 Objetivos específicos.....	17
1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO.....	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO.....	19
2.1.1 Águas Residuais.....	19
2.1.2 Tratamento de águas residuais e a produção de lodo.....	20
2.1.3 Lodo de esgoto.....	21
2.1.4 Impacto ambiental.....	22
2.1.5 Aproveitamento.....	23
2.2 MATERIAIS CERÂMICOS.....	24
2.2.1 Matérias primas.....	25
2.2.2 Processo de Produção.....	26
2.2.2.1 Mistura e laminação.....	27
2.2.2.2 Extrusão.....	27
2.2.2.3 Secagem.....	30
<i>Erro! Fonte de referência não encontrada. Queima</i>	31
2.3 APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS NA INDÚSTRIA CERÂMICA.....	32
2.4 POTENCIAL APROVEITAMENTO DO LODO DE ETE EM PRODUTOS CERÂMICOS.....	33
3 MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO.....	37
3.2 MATERIAIS.....	39
3.2.1 Lodo de Estação de Tratamento de Esgoto.....	39
3.2.1.1 Origem e coleta.....	39
3.2.1.2 Beneficiamento.....	40
3.2.2 Argilas.....	40
3.3 PRODUÇÃO DAS CERÂMICAS.....	41
3.3.1 Preparação das misturas.....	41
3.3.2 Processo de extrusão.....	43
3.3.3 Secagem.....	43
3.3.4 Queima.....	44
4. ARTIGO I: POTENTIAL RE-USE OF SEWAGE SLUDGE AS A RAW MATERIAL IN THE PRODUCTION OF ECO-FRIENDLY BRICKS	45
5. CONCLUSÕES	66
5.1 SUGESTÕES DE PESQUISAS FUTURAS.....	67
REFERÊNCIAS.....	68

1 INTRODUÇÃO

As Estações de Tratamento de Esgoto (ETEs) estão presentes em todo o mundo e representam uma etapa importante da qualidade do saneamento básico em uma sociedade. Os processos envolvidos em uma Estação de Tratamento podem ser alterados de acordo com alguns parâmetros, como a qualidade do esgoto gerado, o que depende da origem (municipal, industrial, infiltrações do sistema), variações climáticas, e também dos recursos disponíveis para o tratamento (MARTÍNEZ-GARCÍA et al., 2012). Os processos utilizados são responsáveis pela geração de um material semissólido, caracterizado pela sua heterogeneidade, composto de grandes quantidades de matéria orgânica (~ 44% do peso seco) e água (~ 50-60%), chamado de lodo de esgoto (KOR-BICAKCI; ESKICIOGLU, 2019).

O aumento da população mundial de 5 bilhões na década de 1980 para mais de 7,7 bilhões (ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS, 2019) contribuiu com o aumento no consumo de água e conseqüente maior geração de esgoto. Aliado a isso, países subdesenvolvidos ou em desenvolvimento ainda apresentam um percentual significativo do esgoto gerado que ou não é depositado corretamente, ou não chega a ser coletado. Essa situação gera prejuízos ambientais relacionados a presença de metais pesados (como por exemplo, Arsênio, Cádmio, Chumbo, Mercúrio e Níquel) e microorganismos patogênicos responsáveis pela disseminação de doenças como gripes, hepatites “A” e “B”, tétano, febre amarela e rubéola (CUSIDÓ; CREMADES, 2012; URBAN; ISAAC, 2018).

Cerca de 45% do lodo de esgoto no Brasil é destinado majoritariamente para aterros sanitários, 6% é destinado à utilização na agricultura, e os 49% que restam, possuem destino indefinido (LEBLANC et al., 2008). Nesse sentido, deve ser avaliado o custo, impacto ambiental e infraestrutura da ETE para cada forma de deposição com o objetivo de encontrar a melhor alternativa. Sendo assim, estima-se que o custo de tratamento do lodo pode representar até 50% de todo o custo da planta de tratamento (KHIARI et al., 2004).

Sistemas variados de tratamento geram quantidades de lodo diferentes durante a sua operação. Lagoas de estabilização, por exemplo, costumam ser mais eficientes, enquanto lodos ativados produzem um volume maior de resíduo que precisa ser tratado (PEDROZA et al., 2010). Portanto, a escolha do processo de tratamento deve estar diretamente ligada às características do lodo que se deseja produzir e a destinação que será dada ao resíduo.

A aplicação de processos térmicos como a calcinação após o tratamento do lodo de esgoto contribuem eficientemente com a redução do volume do lodo a partir da desidratação do material e decomposição da matéria orgânica. No entanto existe a emissão de gases poluentes

aliados ao processo que tem impacto sobre o meio ambiente (KHIARI et al., 2004; SHI et al., 2018), assim como o elevado custo e demanda energética para a execução deste processo.

Devido à crescente preocupação com a descarte dos resíduos em nível mundial, falta de licenças, competição pelo uso do solo para outros fins, transporte, qualidade dos resíduos dentre outros, buscam-se novas possibilidades de utilização do lodo de esgoto (URBAN; ISAAC, 2018). Alinhados com esta tendência estão algumas regulamentações acerca do descarte de resíduos sólidos, as quais buscam primeiramente dar uma utilização alternativa para o resíduo gerado (URBAN; ISAAC, 2018).

Nesse sentido, existem estudos que avaliam a possibilidade de valorizar o lodo de ETE utilizando-o como matéria prima na fabricação de diversos produtos. Alguns exemplos da utilização do lodo são: fonte de recuperação de recursos como por exemplo, Carbono, Fósforo e Nitrogênio (GUANGYIN, ZHEN; YOUCAI, 2017), produção de biofloculantes (SHI et al., 2018), fertilizantes (PEDROZA et al., 2010), processos térmicos como a pirólise (KARAYILDIRIM et al., 2006), incineração e gaseificação, e a utilização como matéria prima para materiais de construção (HAMOOD; KHATIB; WILLIAMS, 2017; LIEW et al., 2004; SUCHORAB et al., 2016). O uso do lodo especificamente na indústria da construção civil se verifica também de diversas formas, como na produção de clínquer (LIN et al., 2012), de argila expandida (XU; ZOU; LI, 2008), como adição mineral em argamassas (HAMOOD; KHATIB; WILLIAMS, 2017) e em produtos de cerâmica vermelha (AREIAS et al., 2017; CUSIDÓ; CREMADES, 2012; MARTÍNEZ-GARCÍA et al., 2012).

Tratando-se da utilização do lodo de esgoto na produção de cerâmicas, até o momento as pesquisas estiveram focadas na viabilização do uso do material, preocupações acerca da alteração das propriedades mecânicas e físicas da cerâmica e possíveis poluentes liberados pelo material durante e após a queima (JORDÁN et al., 2005; MONTEIRO et al., 2008; TAY; SHOW, 1992). No entanto, pouco se sabe ainda sobre as alterações no comportamento do material em verde e como isso afeta o processo de produção.

Do ponto de vista econômico, o uso de resíduos em substituição a matéria prima natural representa vantagens sob vários tipos, como redução de espaço de armazenamento, diminuição da extração utilizando de forma racional os recursos naturais não renováveis. Esses fatores apresentam custos econômicos, ambientais e sociais associados, representando por consequência a sua diminuição (ANDREOLA et al., 2016).

Visto que a utilização do lodo na indústria cerâmica também é benéfica, portanto, na redução de custos de produção do material, a incorporação do lodo de esgoto como adição em

blocos de cerâmica vermelha será estudada nesta pesquisa. Misturas com a incorporação do lodo em diferentes percentuais em peso da argila serão extrudadas e comparadas com uma mistura referência.

1.1 JUSTIFICATIVA

De acordo com o Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS) no Brasil, apenas 46,0% do esgoto gerado é tratado, ou seja, 4,2 bilhões de metros cúbicos de esgoto em 2017 (BRASIL, 2017). De forma que, aproximadamente 4,9 bilhões de metros cúbicos de esgoto são depositados incorretamente, sendo responsáveis pela poluição do meio ambiente e disseminação de doenças contagiosas.

De um ponto de vista ambiental todos os resíduos produzidos pelas Estações de Tratamento de Esgoto necessitam de tratamento. Entretanto, a disposição do lodo de esgoto tende a ser um problema crescente em regiões de grande urbanização (ŚWIERCZEK; CIEŚLIK; KONIECZKA, 2018).

A publicação da Política Nacional de Resíduos Sólidos em 2017 trouxe instruções mais restritivas e amigáveis ao meio ambiente, visto a crescente preocupação com o impacto ambiental gerado pelo crescimento populacional e, conseqüentemente aumento na produção de esgoto. A escolha por destinações que sejam preferencialmente sustentáveis deve sobressair aquelas de baixo custo como a disposição em aterros (BRASIL, 2010).

O aumento na produção de resíduos, como o lodo de esgoto, tem levado muitos pesquisadores a buscar a valorização desse material e a viabilização da utilização dos mesmos em outras indústrias. Sabe-se que a qualidade do lodo é diretamente afetada pelo tipo de esgoto gerado e pela extensão do sistema de tratamento utilizado (TYTŁA, 2019). Sendo assim, o estudo da composição do lodo e o seu comportamento frente a possíveis utilizações se torna imprescindível para cada estação de tratamento.

A indústria cerâmica possui, por sua vez, um grande volume de produção, sendo responsável pelo fornecimento de materiais que estão na base da indústria da construção civil, como blocos, telhas, cerâmicas de revestimento entre outros. Considerando o volume de fabricação e a matéria prima utilizada na produção, pode se dizer que há uma grande capacidade de consumo de resíduos como o lodo de esgoto (DEVANT; CUSIDÓ; SORIANO, 2011).

Vários são os estudos que já foram realizados buscando a valorização do lodo como matéria prima na produção de cerâmica vermelha. Foram analisadas características físicas, mecânicas (MARTÍNEZ-GARCÍA et al., 2012), microestruturais (AREIAS et al., 2017) e o

impacto ambiental do uso do lodo de esgoto (CUSIDÓ; CREMADES, 2012), no entanto ainda não ficou claro o efeito da inserção do lodo úmido na produção de blocos cerâmicos, o seu efeito e alterações no processo de produção utilizado e a correlação entre propriedades e características multiescala (desde o nível micro a macro) do material.

Foi realizado, portanto, uma investigação acerca do efeito da incorporação do lodo em diferentes teores nas propriedades físico-mecânicas, bem como influência nas características de plasticidade e consistência e o seu impacto no processo de produção dos elementos cerâmicos.

A presente pesquisa se encontra alinhada com interesses mundiais de preservação, redução de contaminantes e reciclagem de resíduos onde o Brasil está comprometido a atingir diferentes metas, bem como a comunidade internacional, como especifica a agenda 2030 (ONU, 2015) por exemplo, que traz como um de seus objetivos alcançar o manejo sustentável e ambientalmente correto dos resíduos.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

Avaliar o potencial de valorização do lodo gerado em uma Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) como matéria prima alternativa na produção de blocos de cerâmica vermelha.

1.2.2 Objetivos específicos

- I. Verificar as mudanças na plasticidade da mistura argilosa com a adição de diferentes teores de lodo de esgoto através de diferentes metodologias de ensaio.
- II. Avaliar o efeito do lodo no processo de produção dos blocos e otimizar variáveis da mistura.
- III. Avaliar as características físico-mecânicas e o efeito da incorporação do lodo de esgoto em diferentes teores de adição em produtos de cerâmica vermelha.

1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente trabalho foi estruturado na forma de artigos científicos integrados, de forma que ele é composto, portanto, de cinco capítulos, onde o primeiro trata de uma introdução, justificativa e contextualização ao tema, apresentando também os principais objetivos para a realização da mesma. O segundo capítulo aborda uma breve revisão bibliográfica acerca dos temas estudados, enquanto o terceiro apresenta a metodologia geral deste estudo, que envolve todo o trabalho realizado. O quarto capítulo apresenta o artigo produzido a partir da pesquisa,

finalizado, submetido e aprovado em revista internacional (*Journal of Environmental Management*, IF:6,789). É apresentado na formatação e idioma (inglês) de acordo com a revista em que foi publicado e busca responder os objetivos apresentados no item 1.2. O capítulo cinco abrange as conclusões gerais e sugestões de trabalhos futuros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO

Se tornou uma tendência no século XXI a busca pela valorização dos resíduos gerados pelo homem, devido aos problemas ambientais comumente ligados a destinação inadequada destes materiais. As estações de tratamento de esgoto municipais, diretamente afetadas pelo crescimento populacional e aumento no consumo de água tratada, tem buscado alternativas mais viáveis para a destinação do lodo de esgoto tanto de um ponto de vista econômico quanto ambiental.

O esgoto ao ser tratado gera dois tipos de resíduos, um líquido que é direcionado à um corpo receptor (rios e córregos), e um resíduo sólido que normalmente é depositado em aterros sanitários, chamado de lodo de esgoto ou lodo de ETE. A seguir serão tratados de forma mais detalhada os mecanismos que envolvem a geração de lodo de esgoto.

2.1.1 Águas Residuais

Dentre as águas residuais estão inseridos vários tipos de resíduos produzidos pela atividade humana e que necessitam de tratamento para serem devolvidos ao meio ambiente. Trata-se de um material bastante heterogêneo devido às suas fontes, que incluem os usos domésticos, comerciais, águas pluviais e até mesmo a infiltração de águas subterrâneas. As fontes de águas residuais podem ser divididas em cinco grupos básicos (SPELLMAN, 2013):

- Resíduos humanos e animais: conteúdo excrementos sólidos e líquidos, ricos em micro-organismos patogênicos e muito prejudiciais à saúde humana;
- Resíduos domésticos: gerados nas residências, como lixo papel e produtos de limpeza;
- Águas pluviais: carregam consigo resíduos como solo, lixo e matéria orgânica;
- Infiltração: águas subterrâneas que entram na rede de coleta;
- Resíduos industriais: geralmente ricos em produtos químicos e outros materiais considerados tóxicos.

As características apresentadas pelos esgotos variam muito de acordo com a sua origem e parcela de cada origem envolvida, sendo assim, para cada estação é necessário que hajam adaptações e cuidados durante o tratamento para que as necessidades daquele esgoto sejam atendidas. Essas características são avaliadas levando em consideração fatores químicos, físicos

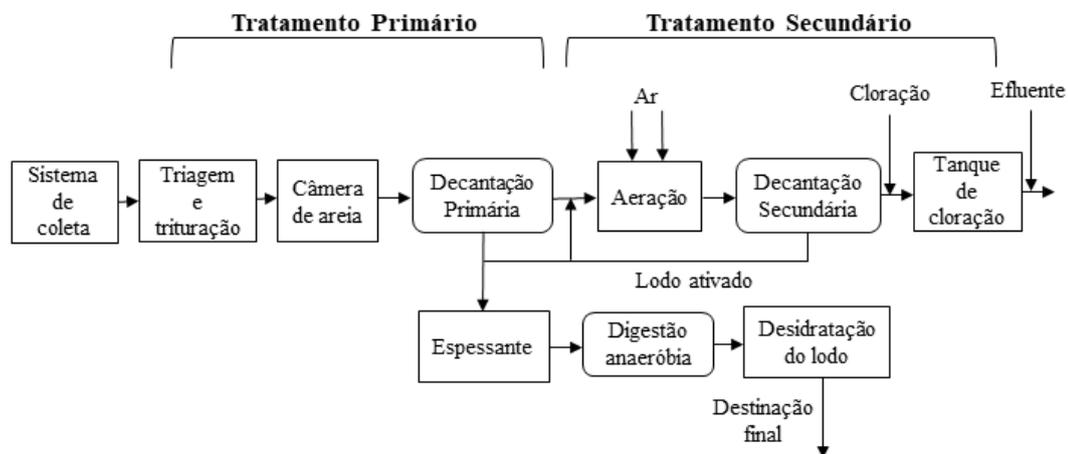
e biológicos que abrangem parâmetros como a cor, odor, temperatura, fluxo, alcalinidade, Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO), Demanda Química de Oxigênio (DQO), pH entre outros.

2.1.2 Tratamento de águas residuais e a produção de lodo

No Brasil, 73,7% do esgoto gerado é coletado, no entanto, apenas 46,0% é tratado, o que equivale a um montante de 4,2 bilhões de m³ tratados todos os anos (BRASIL, 2017). Esses dados demonstram uma falha no sistema de tratamento de esgoto no país, e principalmente, o potencial de aumento na produção de lodo a partir da implantação de políticas públicas mais efetivas que englobem serviços básicos como o de coleta de esgoto.

As estações de tratamento de esgoto são responsáveis por depurar as águas residuais, sejam elas municipais ou industriais, de forma que a sua diluição em um curso d'água aconteça em uma distância mínima percorrida. O processo consiste na retirada de agentes contaminantes que possam prejudicar o meio ambiente ou a saúde humana submetendo as águas residuais a processos naturais de purificação. Para que isso ocorra, várias etapas são utilizadas. Na Figura 1 pode ser observado um exemplo de modelo de processo de tratamento de águas residuais.

Figura 1 - Sistema básico de tratamento de esgoto.



Fonte: Adaptado de (SPELLMAN, 2013)

Em uma planta são utilizados três tipos de mecanismos para fazer o tratamento, sendo eles físicos, químicos e mecânicos. Alguns passos são indispensáveis para que o tratamento seja efetivo. Iniciando pelo tratamento preliminar que consiste na retirada de materiais com grandes

volumes ou que prejudicariam o funcionamento da planta. O tratamento primário remove os sólidos presentes, sejam eles sedimentáveis ou flutuáveis, o secundário é responsável pela retirada da matéria orgânica através de mecanismos biológicos, a desinfecção é responsável por acabar com micro-organismos patógenos presentes no esgoto e o lodo por fim, necessita ser estabilizado, para que ocorra retirada de patógenos e diminuição da água constituinte (SPELLMAN, 2013).

Sendo assim, a primeira fração do lodo é retirada ainda durante o tratamento primário, de forma que o restante permanece até o tratamento secundário onde é decantado e posteriormente recolhido. Quando essas frações se encontram são adicionados espessantes e depois direcionados à digestão anaeróbia e desidratação. Após esses processos o lodo pode ser encaminhado ao seu destino final, sendo que, estima-se que aproximadamente 1 a 2% da água tratada seja convertida em lodo (GUANGYIN, ZHEN; YOUCAI, 2017).

2.1.3 Lodo de esgoto

O lodo de esgoto é uma composição essencialmente heterogênea, sendo formado por partículas orgânicas, inorgânicas, microorganismos, substâncias poliméricas e uma grande quantidade de água (GUANGYIN, ZHEN; YOUCAI, 2017). O tratamento do lodo em si é focado em três aspectos: o espessamento, que busca tornar o material mais denso, a estabilização, que inertiza os elementos patógenos presentes e a desidratação, que é responsável pela retirada da água (SPELLMAN, 2013).

Devido à quantidade de água presente, e o volume do lodo estar diretamente ligado ao custo do processo, um dos maiores objetivos do tratamento é justamente a desidratação do material. No entanto, este processo pode se tornar mais ou menos difícil dependendo forma como a água está associada, podendo ser classificada como (SPELLMAN, 2013):

- Água livre;
- Água do floco;
- Água capilar;
- Água da partícula;

Dependendo da ligação da água dentro da constituição do lodo é necessária uma forma diferente para fazer a sua retirada, podendo ser utilizados os processos de sedimentação, desidratação mecânica, compactação e aquecimento.

A fração sólida do lodo é formada por partículas orgânicas e inorgânicas, sendo elas diferidas por aquelas que queimam ou volatilizam à 550 °C sendo orgânicas, e as que permanecem sendo inorgânicas. A composição da fração orgânica está diretamente ligada à instabilidade do lodo, enquanto a fração inorgânica é comumente responsável pelos problemas ambientais gerados, pela presença comum de metais pesados (cobre, chumbo, zinco, mercúrio entre outros) (SPELLMAN, 2013).

O lodo pode ser caracterizado tanto física quanto quimicamente. De acordo com a sua destinação os cuidados e características de que se tem interesse podem variar. Dentre as características físicas, normalmente é analisado pela sua umidade, teor orgânico e quantidade de sólidos. O teor orgânico é dependente da quantidade de sólidos presentes, no entanto, pode chegar a representar 70% do resíduo seco, dependendo do sistema de tratamento aplicado (EPSTEIN, 2003). As propriedades químicas por sua vez são mais afetadas pelas fontes de produção das águas residuais, principalmente por fontes industriais, pela extensão e uso de produtos químicos durante o tratamento.

2.1.4 Impacto ambiental

O impacto ambiental gerado pelo lodo de esgoto acontece de muitas formas. Pela destinação ilegal, por acidentes ocorridos com vazamento de material, pelo contato dos humanos com contaminantes e patógenos, pela concentração de metais pesados entre outros.

Normalmente as ETEs buscam utilizar os sistemas mais rápidos e curtos para realizar o tratamento do esgoto. No entanto, é necessário que haja a conscientização de que sistemas de tratamento mais longos geram uma menor quantidade de lodo e esse fato ajuda na redução não só dos impactos ambientais causados mas também dos custos gerados pela ETE. Portanto, atualmente, deve ser dada atenção especial a processos como o espessamento e desidratação, que são aliados na redução do volume do lodo (LEBLANC et al., 2008).

Embora os sólidos das águas residuais possuam constituintes valiosos para algumas indústrias, todos os agentes em contato precisam ser protegidos com o intuito de evitar riscos de contaminação, de forma que o material deve ser utilizado com segurança.

A presença de metais pesados é um dos fatores mais preocupantes quando se trata do lodo. Esses metais se originam por exemplo, de encanamentos antigos de chumbo e cobre, de resíduos de comida descartada no fluxo, de águas industriais contaminadas, fertilizantes, entre outros (EPSTEIN, 2003).

A Tabela 1 mostra um comparativo entre as quantidades de metais pesados aceitáveis no lodo brasileiro e qual a média encontrada no lodo brasileiro. Os valores máximos não são ultrapassados, no entanto, ao entrar em contato com o meio ambiente, com as plantas e os seres humanos, acontece o acúmulo desses metais pesados. Sendo assim, quando utilizado frequentemente como fertilizante em um solo, por exemplo, seu acúmulo pode fazer com que esses limites sejam ultrapassados e então interfiram na qualidade de vida das pessoas.

Tabela 1 - Metais pesados no Brasil.

Metais	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Pb	Hg	Mo	Ni	Se	Zn
Concentrações permitidas pelo CONAMA	41	1300	39	-	1000	1500	300	17	50	-	100	2800
Concentração média	14,69	-	10,75	-	143,72	255,4	80,37	2,35	112,88	41,99	27,24	689,8

*mg/Kg do peso seco

Fonte: Adaptado de (LEBLANC et al., 2008)

A disseminação de doenças pelo esgoto e seus resíduos também é um fato que pode causar impacto negativo e está diretamente ligada à qualidade do tratamento de esgoto. Apesar de a maioria dos microorganismos não serem patogênicos, podem estar presentes os responsáveis por doenças como febre tifóide, tétano, hepatite, disenteria entre outras. Dentre os microorganismos responsáveis por esse fenômeno que estão presentes no esgoto estão as algas, bactérias, protozoários e vírus (SPELLMAN, 2013).

São utilizados como indicadores convencionais da presença de patógenos: *Escherichia coli*, bactérias coliformes fecais, clostrídios, coliformes somáticos entre outros. Já como indicadores de índice de patógeno, a *Salmonella* é a mais utilizada na avaliação rotineira da eficiência das ETEs (MININNI et al., 2015).

A aplicação de biossólidos na agricultura é bastante afetada por essa questão, que pode causar a disseminação não só pela produção e aplicação, mas também pelo escoamento de águas superficiais que causariam o deslocamento dos patógenos. Populações que residem próximas às estações de tratamento estariam mais sujeitas aos patógenos e sendo assim deveriam manter cuidados redobrados (MININNI et al., 2015).

2.1.5 Aproveitamento

O aproveitamento do lodo de esgoto está diretamente atrelado ao estado de desenvolvimento do país em questão. A utilização deste material é mais frequente em países desenvolvidos do que naqueles subdesenvolvidos ou em desenvolvimento. A destinação do lodo em aterros sanitários não só causa o desperdício de recursos como também pode provocar uma série de problemas ambientais (GUANGYIN, ZHEN; YOUCAI, 2017).

O lodo de esgoto, assim como outros resíduos industriais, possui uma constituição que tem potencial de utilização em outras indústrias. Esse potencial vem sendo estudado há muitos anos e pesquisas indicam a possibilidade do seu uso em diversas áreas, como na agricultura, construção civil e na indústria química.

A utilização do lodo de esgoto como fertilizante já foi investigada e possui resultados positivos para o cultivo. Quando assim utilizado o lodo é chamado biosólido. A prática ainda não é completamente disseminada pois as pesquisas indicam que deve haver um controle das propriedades do solo mais rigoroso, devido a presença dos metais pesados que se acumulam ao longo do uso contínuo (LEBLANC et al., 2008).

Devido a previsões de escassez futura de alguns elementos como o Nitrogênio (N) e Potássio (P), o lodo de esgoto foi utilizado também como uma fonte de recuperação de recursos, já que é rico desses elementos (YU et al., 2017), também teve resultados positivos quando utilizado para produção de biofloculantes e absorventes e utilizado como fonte de energia através da aplicação de tratamentos térmicos (SHI et al., 2018).

A utilização do lodo de esgoto como matéria-prima na indústria da construção também já foi cogitada. Resultados obtidos na utilização do lodo na produção de clínquer (LIN et al., 2012), na fabricação de argamassas (HAMOOD; KHATIB; WILLIAMS, 2017), na produção de argila expandida (CUSIDÓ; SORIANO, 2011) foram muito positivos no sentido de incentivar que iniciativas como estas sejam realmente transferidas ao mercado consumidor.

2.2 MATERIAIS CERÂMICOS

A definição mais aceita pela sociedade científica caracteriza a cerâmica como um sólido inorgânico e não-metálico (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976). As suas propriedades de isolamento térmico, resistência mecânica e impermeabilidade, bem como a versatilidade na sua utilização foram responsáveis pela popularização do material em todo mundo, sendo empregada como uma das principais matérias-primas na construção civil (tijolos e telhas), louças de mesa, louças sanitárias e refratários.

O termo “cerâmico” deriva do grego *keramos* e significa “coisa queimada”. Era utilizado para definir produtos queimados que continham argila (CARTER, C. BARRY; NORTON, 2013). A cerâmica considerada tradicional, produzida a partir de uma base argilosa com adição de uma fonte de sílica, teve seu processo de fabricação em constante evolução ao longo dos tempos. Sendo assim, a chamada cerâmica vermelha, apesar de muitas vezes parecer um produto rústico, apresenta qualidade e eficiência aliada à tecnologia utilizada atualmente pela indústria.

Caracterizada por normalmente apresentar ligações iônicas e covalentes, a maioria das cerâmicas é frágil à temperatura ambiente e apresenta má condução de calor e eletricidade (CARTER, C. BARRY; NORTON, 2013). Essas características são responsáveis por tornar o material adequado a utilização em diversas indústrias.

Tanto a porosidade quanto a estrutura de poros formada têm influência em características como a resistência mecânica, absorção d’água e durabilidade do material. Tratando-se das cerâmicas, é aceito que a comunicação entre os poros é heterogênea, havendo a mudança no raio dos poros ao longo da amostra (SALTEVSKAYA; LEBED, 1982).

A vitrificação que acontece durante a queima do material fornece um bom acabamento à superfície, de modo que muitas vezes é utilizada na construção civil em seu estado bruto, sem a aplicação de revestimento.

De modo geral os materiais cerâmicos têm contribuído muito e fazem parte da história da evolução da humanidade. E apesar de ser considerado um material proveniente de matéria prima não renovável, devido à abundância das argilas no nosso planeta, não há previsões de escassez de material ou diminuição da produção.

2.2.1 Matérias primas

Para produção de cerâmicas utilizam-se matérias primas de fonte natural e sintéticas. Tratando-se da cerâmica vermelha em especial, as argilas provêm de jazidas naturais, sendo formadas por intemperismos mecânicos e químicos de feldspatos em rochas ígneas e metamórficas, formando o caulim, base para as demais argilas (CARTER, C. BARRY; NORTON, 2013). As argilas são definidas como um solo de granulometria fina, menor que 0,002 mm, que apresentam características de coesão e plasticidade (ABNT, 1995).

As argilas são formadas por argilominerais como a caulinita, montmorilonita, illita entre outros. Os argilominerais são silicatos de alumínio ou magnésio hidratados, que podem conter outros elementos como ferro, lítio, potássio etc (ABNT, 1995).

Para produção da cerâmica vermelha, são utilizadas argilas de forma combinada com materiais silicosos, sendo o segundo em menor quantidade (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976). A mistura é realizada com objetivo de controlar as propriedades apresentadas pelas argilas, como a plasticidade e alta retração.

Os minerais de silicato são grande maioria na composição da crosta terrestre, ou seja, existem Si e O em grandes quantidades e as ligações entre eles são muito fortes. A abundância desses materiais faz o que o seu custo seja relativamente baixo, e contribua então para a sua utilização em larga escala (CARTER, C. BARRY; NORTON, 2013).

A escolha das matérias primas e correto beneficiamento são de extrema importância para a qualidade do produto desenvolvido. A variedade de argilas presentes na natureza faz com que seja necessário um estudo profundo do comportamento de cada uma delas para que se efetue a dosagem, homogeneização e mistura do material, permitindo que se alcance o desempenho esperado em termos de qualidade das peças de cerâmica.

2.2.2 Processo de Produção

A qualidade do processo de produção de um produto é responsável em grande parte pela qualidade do material produzido. Tratando-se de cerâmicas não é diferente. O processo é demonstrado de maneira simplificada na Figura 2.

Figura 2 - Esquema do processo de produção de cerâmicas vermelhas.



É de extrema importância garantir que seja realizada uma boa homogeneização do material, seguida pela laminação responsável por regular o tamanho dos aglomerados de argila, fazer com que a massa argilosa esteja com as características de umidade e mistura necessárias para uma boa extrusão, até o cuidado com a retirada e corte dos blocos após a moldagem. Sem contar com o aumento de temperatura e umidade adequado na secagem e processo de queima

ideal para gerar o percentual de vitrificação tão importante na qualidade da cerâmica (HANDLE, 2007).

A qualidade das peças cerâmicas é um desafio a ser enfrentado por essa indústria, já que peças uniformes aumentam a eficiência do processo e reduzem o desperdício manifestado através de trincas e quebras. A seguir serão abordadas as etapas do processo de produção e cuidados importantes a serem realizados em cada uma delas.

2.2.2.1 Mistura e laminação

A cerâmica é originada a partir da mistura de um composto de materiais, normalmente duas ou mais argilas e uma fonte de sílica, normalmente uma areia quartzosa. Esses materiais são misturados sempre em uma determinada proporção e o misturador precisa garantir que a massa argilosa produzida tenha sempre as mesmas características. Sendo assim, dependendo dos materiais utilizados, será determinado um tempo mínimo de mistura para que a homogeneização aconteça de forma completa.

Os minerais ao serem retirados da crosta terrestre apresentam uma grande variação no tamanho de suas partículas e na aglomeração das mesmas. Na forma natural, as partículas se comportariam de maneira diferente afetando a qualidade do processo de produção da cerâmica. A laminação é um processo de beneficiamento realizado com as argilas para que o tamanho de partículas seja homogeneizado antes de ir para a extrusão. A finura das partículas é importante para que o processo de vitrificação aconteça (CARTER, C. BARRY; NORTON, 2013).

2.2.2.2 Extrusão

A forma mais comum de realizar a conformação não só de blocos cerâmicos, mas de toda a indústria da cerâmica vermelha, é a extrusão. Esta etapa da produção consiste em um processo que está associado à passagem de uma massa argilosa moldável em um sistema que combina homogeneização, vácuo e prensagem até que a massa passe pelo molde final do produto que se deseja fabricar. Após esse processo é gerado um produto de boa qualidade em questão de acabamento, uniformidade da massa e presença de ar incorporado (HANDLE, 2007).

O modelo de maquinário mais comumente utilizado para fabricação de blocos cerâmicos são as extrusoras de funcionamento horizontal, devido a facilidade de inserção de material na mesma e o alto volume de produção atingido (HANDLE, 2007). A massa argilosa, já

homogeneizada e laminada, é levada até o equipamento através de esteiras mecanizadas e ao sair, o tarugo já moldado recebe o corte no tamanho determinado de cada tipo de bloco.

O processo de extrusão depende diretamente da consistência da massa argilosa utilizada, e para seu perfeito funcionamento o fator mais facilmente variado é a umidade. Alternativo a isso, também opta-se por utilizar argilas de diferentes origens e plasticidades, ou ainda fazer uso de materiais inertes que atuam como desengraxantes (SCHIAVO et al., 2018). A adição de resíduos na cerâmica pode dificultar a obtenção da plasticidade ideal para o sistema de produção. Deve-se também levar em consideração que a plasticidade é dependente não apenas da mistura argilosa utilizada, mas também do processo de moldagem aplicado (ANDRADE; AL-QURESHI; HOTZA, 2011b).

A trabalhabilidade de uma pasta cerâmica é bastante difícil de quantificar (muito dependente da habilidade do operador na maioria dos testes) e transpor para o processo de moldagem utilizado (SCHIAVO et al., 2018). Alguns estudos tem sido realizados tentando aliar métodos simples de medição de plasticidade (Atterberg, Pfefferkorn) com os processos de produção de materiais cerâmicos (ANDRADE; AL-QURESHI; HOTZA, 2011b; DE OLIVEIRA MODESTO; BERNARDIN, 2008) que apesar de serem mais utilizados devido ao custo e praticidade, na maioria das vezes não fornecem um relatório eficiente sobre o uso e comportamento do material.

A trabalhabilidade da massa argilosa é alterada controlando-se a umidade, mas, num processo de extrusão, também pode sofrer alterações dependentes das variações de temperatura e umidade do ar. Tanto uma umidade baixa, quanto alta, geram a falta de coesão necessária entre as partículas para que o material se deforme da maneira necessária, mas também mantenha sua forma ao final da extrusão. Desta forma, existe um intervalo de umidade em que a extrusão é facilitada, levando em consideração a plasticidade das argilas. Esse intervalo de umidade, está diretamente relacionado à janela de trabalhabilidade, normalmente acessada a partir dos limites de plasticidade e liquidez (SCHIAVO et al., 2018). No entanto, para que o processo de produção da cerâmica aconteça perfeitamente, essa janela é ainda mais estreita, já que se busca a menor umidade possível para que o processo de secagem seja reduzido.

Estes intervalos propícios para produção estão ligados ao comportamento de rigidez e de deformações da massa no momento da extrusão. Desta forma, propriedades reológicas podem ser utilizadas para avaliar o efeito da inserção de lodo e de umidade nas misturas. Este efeito, observado a partir da mensuração da rigidez e do comportamento das deformações, pode

então ser relacionado aos processos de extrusão, e levar a limites e combinações de ETE e Umidade possíveis de serem extrudados de forma satisfatória.

Estudos que combinem observações reológicas e processos de extrusão de cerâmicas são incipientes na literatura. Os estudos acerca de reologia de solos se encontram mais estabelecidos (BATISTÃO et al., 2020; HOLTHUSEN et al., 2017; HOLTHUSEN; BATISTÃO; REICHERT, 2020; PÉRTILE et al., 2017), e em grande maioria fazem uso dos testes de varredura de deformação (*Amplitude Sweep Tests*).

A partir dos testes de varredura de deformações, o comportamento reológico das pastas pode ser acessado, de maneira a se observar a rigidez e a maneira como o material se deforma para diferentes níveis de deformações aplicadas. Entre as variáveis observadas no ensaio, o módulo dinâmico $|G^*|$ e o ângulo de fase (φ) são obtidos, permitindo calcular o módulo de armazenamento (G') (porção de deformação elástica independente do tempo) (Equação 1), o módulo de perda (G'') (porção de deformação viscosa defasada no tempo) (Equação 2), e o parâmetro fator de perda (G'' / G'), que indica a predominância do tipo de resposta às deformações impostas. Quando o fator de perda for igual a 0, tem-se um comportamento puramente elástico; para o fator de perda < 1 , o comportamento é viscoelástico com predominância de parcela elástica, para fator de perda > 1 , a predominância é do comportamento viscoso (MEZGER, 2014; PÉRTILE et al., 2017).

$$\text{Equação 1} \quad G' = |G^*| \times \cos \left(\varphi \times \frac{\pi}{180} \right)$$

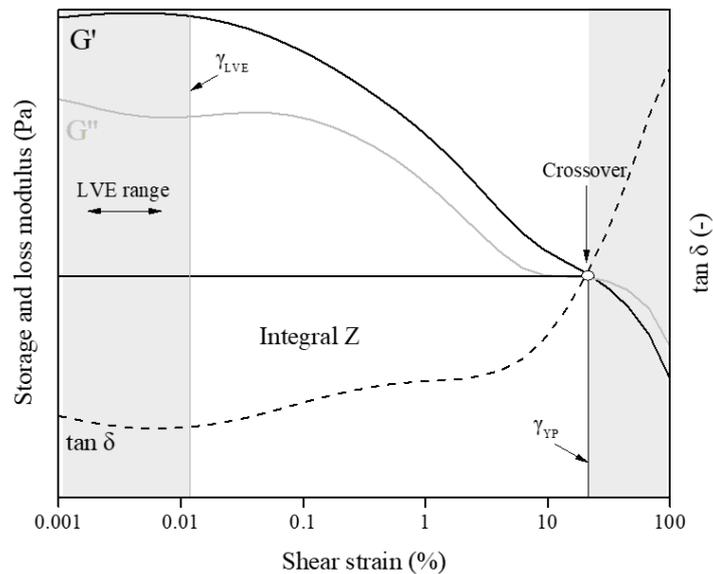
$$\text{Equação 2} \quad G'' = |G^*| \times \sin \left(\varphi \times \frac{\pi}{180} \right)$$

Embora não reportado na literatura sobre o tema, sugere-se que não somente a rigidez do material mas também a predominância de determinada parcela de deformação (elástica ou viscosa) leve a diferenças na extrusão dos materiais. De forma a avaliar tais parcelas, o parâmetro Integral Z (I_z) pode ser mensurado, fazendo uso da relação G''/G' ($\tan \delta$) (MEZGER, 2014; PÉRTILE et al., 2017) conforme a Figura 3.

De forma a quantificar as diferenças observadas nas curvas de $\tan \delta$, a área entre as curvas e a linha de *crossover* pode ser calculada (Integral Z) (HOLTHUSEN; BATISTÃO; REICHERT, 2020). O método de integração por trapézios geralmente é utilizado para o cálculo. Maiores áreas de Integral Z sugerem que o material respondeu as deformações com predominância de parcelas elásticas. O *crossover* deslocado mais à direita, em deformação

maiores, sugere que as parcelas elásticas foram predominantes. Desta forma, a partir de I_z pode-se quantificar a predominância da resposta de deformação ao longo de todo o intervalo de amplitude de deformações testado (MEZGER, 2014; PÉRTILE et al., 2017).

Figura 3 - Parâmetros reológicos obtidos no teste de varredura de amplitude.



A partir dessa caracterização do comportamento do material, seja por métodos indiretos de medição (Atterberg, Pfefferkorn e cone de queda), seja por métodos diretos (análises reológicas, obtenção de curvas tensão deformação) busca-se correlacionar com o processo de extrusão, sendo este muito particular de cada planta de produção cerâmica, onde se variam parâmetros como a pressão de vácuo, torque aplicado, comprimento do parafuso, redutores utilizados na boquilha, dentre outros.

2.2.2.3 Secagem

O objetivo principal ao realizar a secagem do produto cerâmico é retirar a água presente na mistura em uma taxa exigida para que possa posteriormente ser queimado e de modo que não danifique a cerâmica (BROSNAN, DENIS A.; ROBINSON, 2003). Além disso, como é um processo que envolve o uso de elevadas temperaturas, gera custos relativamente elevados, o que faz com que a maior eficiência do processo seja buscada.

A secagem acontece normalmente em longos corredores, isolados termicamente, onde se controla tanto a umidade quanto a elevação da temperatura, sendo que as mesmas variam ao longo da distância (± 100 metros). Ocorre o aproveitamento do calor do forno de queima da

indústria para aquecer o corredor de secagem. Os blocos cerâmicos passam por esse corredor sobre vagões em uma velocidade constante.

O processo de secagem atua na remoção de (BROSNAN, DENIS A.; ROBINSON, 2003):

- Água de formação;
- Água presente nos poros;
- Água capilar;
- Água ligada à superfície das partículas.

Existe ainda a influência de fatores externos como a variação de temperatura e umidade do ar que podem afetar a velocidade do processo de secagem, já que alteram as características em que os blocos chegam para a secagem e dificultam o controle dos fatores dentro do corredor.

Falhas na secagem podem levar a altos índices de retração, trincas e perda de qualidade do material (BROSNAN, DENIS A.; ROBINSON, 2003), o que demonstra a importância de se ter cuidado nesta etapa do processo.

2.2.2.4 Queima

Esta pode ser considerada a parte mais importante do processo de produção dos materiais cerâmicos pois é onde ocorrem as mudanças microestruturais que dão resistência mecânica e durabilidade ao material, bem como, é onde há uma grande demanda de investimentos quando comparado ao restante do processo.

A queima consiste na inserção dos blocos cerâmicos em um forno onde a sua temperatura é elevada até aproximadamente a 1000 °C. Os fornos normalmente são divididos em uma zona de aquecimento, uma zona de queima e uma zona de resfriamento, pois a cerâmica, antes de acontecer a queima não suporta mudanças bruscas de temperatura, se isto ocorrer podem ser geradas trincas e falhas microestruturais no material.

Ao ser levado a altas temperaturas, a massa argilosa e compactada irá se tornar um corpo cerâmico forte e denso (BARSOUM, 2002). Acontecem uma série de reações entre os minerais que formam mulita cristalina e uma fase amorfa rica em sílica (SHACKELFORD, JAMES F.; DOREMUS, 2008).

Durante o processo de calcinação o corpo cerâmico retrai, o que significa que há um aumento de densidade do material devido à aproximação das partículas gerada pela

transformação de alguns componentes e também pelo aumento dos grãos e preenchimento dos poros no processo de vitrificação.

2.3 APROVEITAMENTO DE RESÍDUOS NA INDÚSTRIA CERÂMICA

Características como a resistência mecânica e facilidade na produção popularizaram o uso da cerâmica em larga escala no mercado da construção civil. Desde tijolos, blocos estruturais, telhas e acabamentos são fabricados a partir de diferentes tipos de cerâmica. O grande volume de consumo deste material o torna um potencial receptor de resíduos de outras indústrias.

Além disso, a substituição da argila por resíduos na sua produção possui vários benefícios. Dentre eles podem ser destacados especialmente os benefícios ambientais gerados pela diminuição da poluição, acomodação em aterros e outros problemas gerados pela destinação de resíduos, e também a diminuição de custos devido à retirada de um menor volume de matéria prima das jazidas.

Até o momento foram realizadas tentativas de inserção de diversos tipos de resíduos no processo de fabricação da cerâmica, sejam eles parecidos ou não com a argila quando comparada a sua composição química. Neste item serão abordados alguns experimentos que utilizaram resíduos na produção de cerâmicas.

Lodos gerados a partir do processo de fabricação de ligas de ferromanganês e pó de pedra sabão substituíram 5% e 10% da massa argilosa na produção de blocos cerâmicos, sendo variados a pressão de compactação em 14 e 28% e também a temperatura de queima em 850 e 1000 °C. Comparando resultados de análise de retração, absorção de água, peso específico e resistência à compressão, foram obtidos os melhores resultados com a menor substituição de lodo e maiores valores de pressão e temperatura. Quando comparada a mistura em questão com a mistura referência, a resistência à compressão diminuiu de 61 MPa para 54,5 MPa, cerca de 10%. A cerâmica produzida foi classificada como Não perigosa e Não inerte, com parâmetros dentro das normativas (COTA et al., 2018).

A incorporação de lodo de uma Estação de Tratamento de Esgoto foi realizada em percentuais de 5%, 15%, 25%, 35% e 50% para produção de blocos de cerâmica vermelha. A queima aconteceu a 1020 ° C por 3 h em um forno de uma planta industrial, sendo analisadas características como retração, absorção de água, microscopia eletrônica de varredura (MEV), resistência à compressão e lixiviação. Os resultados mostraram que é possível atingir as resistências estabelecidas pelas normas, bem como economizar até 25% de energia durante a

queima devido ao efeito fundente apresentado pelo lodo. As análises de lixiviação confirmam que a concentração de metais pesados ficou abaixo dos níveis tolerados (UKWATTA et al., 2015a).

A utilização de pó da indústria siderúrgica como adição na produção de tijolos cerâmicos foi cogitada devido à grande presença de óxidos em sua composição. Fazer o gerenciamento dos pós da siderúrgica incluindo-o na cerâmica possui benefícios ambientais muito positivos. A substituição foi realizada de 0 a 15% em teor de argila sendo calcinados a 850, 950 e 1050°C em um forno de laboratório. Os resultados mostraram que não há variação significativa nas propriedades mecânicas do material com até 15% de substituição (KARAYANNIS, 2016).

O tratamento das águas geradas nas usinas de galvanização gera um lodo que possui potencial na fabricação de blocos cerâmicos. Foi realizada a tentativa de inertização desse material a partir da sua inserção em até 5% em peso de argila. A queima ocorreu a 950 °C por 1 hora. A inserção atuou na diminuição da retração e da densidade aparente quando comparado à amostra referência, ainda, segundo testes de lixiviação a inertização dos metais pesados foi bem sucedida (PÉREZ-VILLAREJO et al., 2015).

O aproveitamento de resíduos de minério de ferro na cerâmica pode ser uma alternativa sustentável à destinação do material em aterros. Sendo realizadas substituições de até 5% e levando à queima em 950°C os resultados mostraram que características mecânicas e cor não foram prejudicadas, sendo viabilizada a sua utilização (DA SILVA et al., 2014).

2.4 POTENCIAL APROVEITAMENTO DO LODO DE ETE EM PRODUTOS CERÂMICOS

A tentativa de incorporação de lodo de ETE na produção de materiais cerâmicos já foi alvo de pesquisas em todo mundo. A indústria cerâmica pode ser considerada uma das que mais se destaca quando o assunto é a absorção de resíduos de outras indústrias, devido ao seu processo de fabricação (DA SILVA et al., 2014). Em 1987 já havia acontecido a incorporação de lodo seco e cinzas de lodo na matéria prima para fabricação de tijolos de cerâmica vermelha (TAY, 1987a). Naquela época, o autor relatou o receio do mercado comprador em adquirir produtos com esse tipo de resíduo. No entanto, atualmente a busca pela sustentabilidade e novas alternativas à destinação do lodo de ETE são assuntos debatidos.

A valorização do lodo de ETE como matéria prima na produção de cerâmica vermelha foi realizada com percentuais de 0, 2,5, 10 e 15% de lodo úmido inertizado. A produção contou

com prensagem de 20 MPa e a calcinação ocorreu a 950 °C. Foi analisada a influência do percentual de substituição nas características físicas e mecânicas do material. Os resultados indicam a possibilidade de utilização de até 2,5% do lodo de ETE, pois em substituições maiores as propriedades foram prejudicadas (AREIAS et al., 2017).

A presença de metais pesados e agentes patogênicos nos lodos produzidos pelas ETEs é sempre uma preocupação ambiental quando se trata da sua utilização. Sendo assim foram realizados estudo de lixiviação e toxicidade de materiais cerâmicos com a inserção de 0 à 25% de lodo de ETE incluindo misturas ternárias com serragem. As amostras foram moldadas e posteriormente calcinados a 1050 °C. Os resultados dos ensaios mostraram sucesso na incorporação de todos os percentuais apresentados no que se refere à inertização do lodo na cerâmica (CUSIDÓ; CREMADES, 2012).

A tentativa de inertização dos materiais prejudiciais presentes no lodo aconteceu também no processo de produção de vitrocerâmica. A produção incluiu 91% em peso de lodo seco, juntamente com 2% de Na_2CO_3 , 5% de CaCO_3 e 2% em peso de CaF_2 sendo fundidos a 1450 °C por 8 h. Os resultados demonstraram que os metais pesados foram eficientemente inertizados na fabricação de vitrocerâmica e a formação de plagioclase e magnetita, fases minerais formadas durante a queima, não foi prejudicada (TARRAGO et al., 2017).

A produção de argila expandida a partir de lodo de ETE peletizado em fornos rotatórios também foi uma opção de valorização do material. A produção aconteceu a partir de um tratamento térmico a 1050 °C durante oito horas. A argila expandida produzida apresentou baixa densidade, porosidade aberta e resultados negativos para ensaios de lixiviação, toxicidade e emissão de gases poluentes durante a produção. Os autores indicam a possível utilização da argila expandida produzida a partir do lodo de ETE como agregado leve na construção civil e como fertilizante na agricultura (CUSIDÓ; SORIANO, 2011).

Misturas ternárias com resíduos sedimentares de um lago, cinzas e lodo de esgoto foram utilizadas para fabricação de tijolos. A mistura utilizada continha 5% de lodo de esgoto e foi queimada aumentando 100 °C/h até 950 °C, onde permaneceu em um patamar por duas horas. Os resultados foram positivos na diminuição da retração linear, no entanto aumentaram a absorção de água e diminuíram a resistência mecânica, sendo esses efeitos explicados pela mudança nas características microestruturais provocadas pela adição do lodo de esgoto (ZHANG et al., 2016).

O uso do lodo de esgoto também em misturas ternárias com argila e serragem foi utilizado para fabricação de cerâmica vermelha. Enquanto misturas binárias de lodo e argila

apresentaram resultados satisfatórios apenas com até 5% de substituição, as misturas ternárias permitiram 10% de lodo de esgoto com 10% de serragem, o que significa uma grande economia de matérias primas. A cerâmica foi queimada a 980 °C e os resultados foram positivos para a inertização dos metais pesados, já que os ensaios de lixiviação e toxicidade demonstraram que não há riscos envolvendo os usuários do material produzido (DEVANT; CUSIDÓ; SORIANO, 2011).

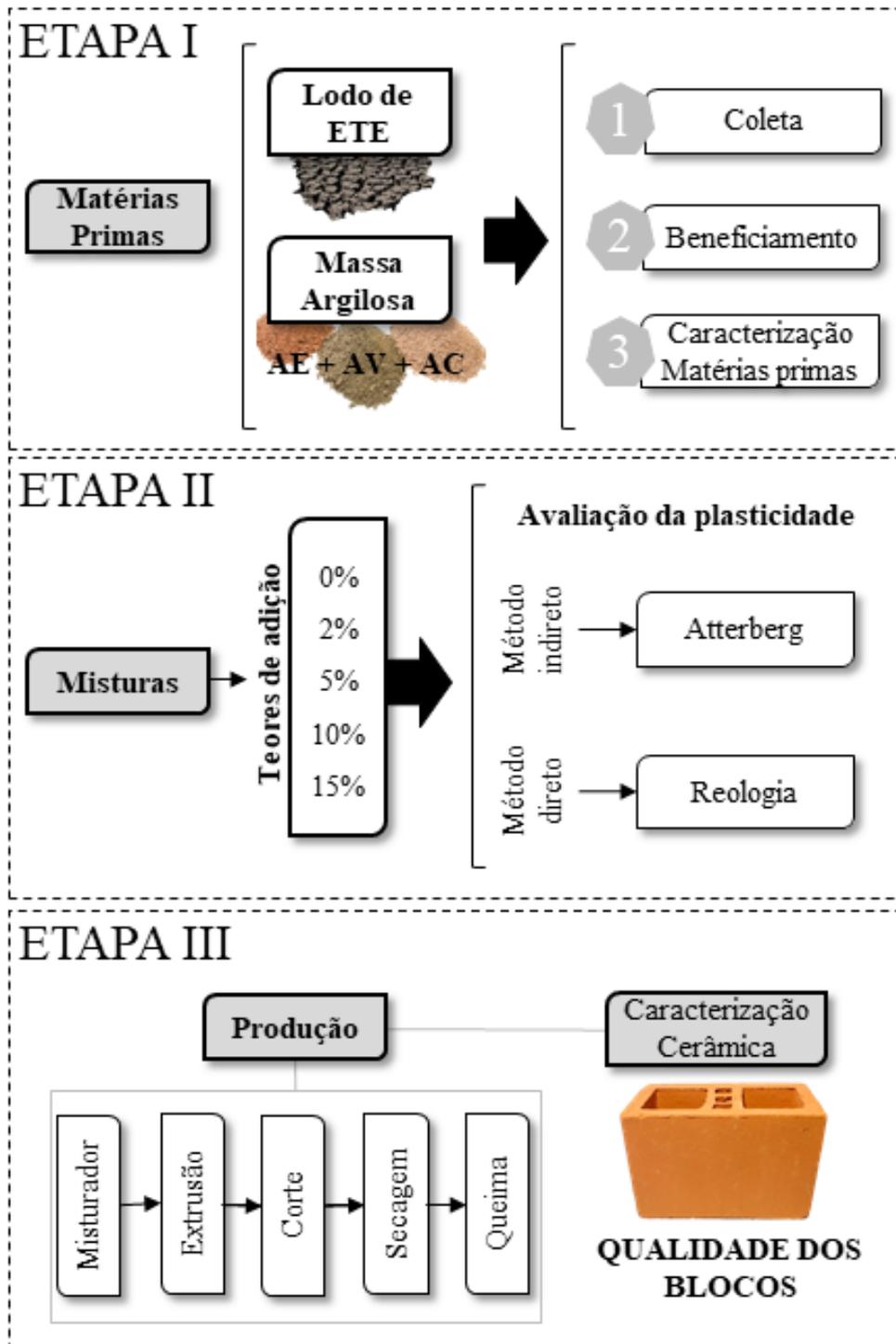
Em geral, os resultados das pesquisas já realizadas com a utilização do lodo na produção de materiais cerâmicos tem sido bastante positivos no sentido da viabilização do uso. Tratando-se das características mecânicas, misturas com inserção de percentuais mais baixos, como 2,5% (AREIAS et al., 2017) e 5% (DEVANT; CUSIDÓ; SORIANO, 2011) tiveram seu desempenho igual ao da mistura de referência, enquanto valores mais altos mostraram relação direta com a perda de resistência do material. Ainda, misturas com até 5% (ZHANG, 2016) apresentam diminuição da retração linear das peças e aumento da absorção de água. Quando se avalia quesitos ambientais como a lixiviação, adições de até 25% obtiveram resultados positivos e dentro dos requisitos de norma (CUSIDÓ; CREMADES, 2012).

Visto isso, percebe-se que ainda há pontos a serem estudados com maior profundidade, como a correlação entre as características micro e macroestruturais do material com a utilização do lodo e a influência dos componentes do lodo de esgoto nas reações que acontecem durante a queima e qual a influência nas características finais da cerâmica produzida.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 4 apresenta as principais etapas e atividades que foram realizadas ao longo do projeto de pesquisa.

Figura 4 - Fluxograma das atividades.



A metodologia do programa experimental está diretamente relacionada à estrutura do trabalho, onde *Etapa I* está ligada à caracterização das matérias primas utilizadas, bem como seu beneficiamento, a *Etapa II* refere-se aos processos de avaliação das misturas e do processo de produção do material, já a *Etapa III* está relacionada com a caracterização das cerâmicas produzidas e avaliação da viabilidade de utilização do lodo de esgoto. Neste item, está apresentada a metodologia geral que serviu de base para a realização do estudo em questão. A descrição detalhada da preparação das amostras e testes executados são apresentados na metodologia do artigo (Item 4).

3.1 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

Na Tabela 2 são especificados os detalhes acerca dos ensaios utilizados no presente planejamento experimental, bem como normativas utilizadas, objetivos e parâmetros de ensaio.

Tabela 2 - Ensaios realizados.

(continua)

Ensaio	Local	Equipamento	Objetivo	Parâmetros de Ensaio/Normativa
Difração de Raio X (DRX)	Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) - UFSM	Bruker D8 Advance	Identificar a presença de minerais de natureza cristalina.	Radiação de Cu K, com filtro de Ni, passo de 0,020° num intervalo 2 theta entre 5-65° e uma velocidade de 1,7 s/passos, com a amostra girando a 30 rpm. Foi utilizado um slit divergente de 0,2 depois do tubo e uma fenda de Soller antes do detector.
Fluorescência de Raio X (FRX)	Laboratório de análises Químicas (LACHEM) - UFSM	Espectrômetro de Fluorescência de Raios X com energia dispersiva Bruker, modelo S2 Ranger	Determinar qualitativa e quantitativamente a composição das amostras.	Screaming de Na a U com contagem de percentual dos fótons dos elementos em amostras em pó.
Superfície específica (BET)	Laboratório de Materiais Inorgânicos (LMI) UFSM	Quantachrome Model Quadrasorb evo	Medir a superfície específica através da adsorção de um gás sobre a superfície sólida.	Adsorção de nitrogênio a 77 Kelvin
Granulometria por difração à laser	Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER UFRGS)	Anton Paar PSA 1090	Determinar a distribuição de tamanho das partículas.	Ultrassom de durante 60 s. Meio aquoso (água destilada). Método de medição através da teoria Mie (CYR; TAGNIT-HAMOU, 2001)
	Instituto de Materiais Cerâmicos (IMC - UCS)	Mastersizer 3000 CILAS	Determinar a distribuição de tamanho das partículas.	Amostra em suspensão com 1% m. Ponteira de ultrassom por 120 s. Espalhamento de luz estático pela teoria Fraunhofer (CYR; TAGNIT-HAMOU, 2001)

Tabela 2 - Ensaios realizados.

(continuação)

Limite de liquidez	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC – UFSM)	Aparelho Casagrande	Determinar o teor de umidade onde o solo passa do estado plástico para o estado líquido.	NBR 6459 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2017a)
Limite de Plasticidade	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC – UFSM)	Cápsulas de porcelana, balança, estufa, espátulas, gabarito e placa de vidro esmerilhada	Determinar o teor de umidade no qual o solo passa do estado sólido ao regime plástico.	NBR 7180 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2016)
Microscopia eletrônica de varredura	Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME)	Microscópio eletrônico de varredura JEOL JMS 6360	Investigar a superfície do material em nível microestrutural através de imagens.	As amostras utilizadas serão de superfícies polidas. Antes da análise, as amostras foram lixadas, secas a 100° C por 24 horas e revestidas com ouro.
Solubilização	Laboratório de Análises Químicas e Ambientais (LAQUA)	-	Identificar os principais elementos químicos que são solubilizados.	NBR 10006 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS, 2004a)
Lixiviação	Laboratório de Análises Químicas e Ambientais (LAQUA)	-	Identificar os principais elementos químicos que são lixiviados.	NBR-10005 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS, 2004b)
Retração linear	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC UFSM)	Paquímetro	Verificar a variação nas dimensões do material após processo de secagem e queima.	NBR 15270-2 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2017b)
Resistência à Compressão	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC UFSM)	Instron 1500HDX	Determinar a resistência à compressão.	NBR 15270-2 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2017b)
Análise termogravimétrica (TGA/DTA)	Laboratório De Processos Ambientais (LAPAM)	Analizador térmico simultâneo STA (TGA/DTA) Netzsch STA 449 F3 Jupiter	Identificar a variação da massa de uma amostra em função da temperatura num ambiente controlado.	Velocidade de aquecimento de 10 °C por minuto, até 1000°C, cadinho de alumina (Al ₂ O ₃), gás de purga Nitrogênio (50 mL/min).
Massa específica	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC UFSM)	Frasco volumétrico de Le Chatelier	Determinar a razão entre massa e volume do material.	NBR 16605 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2017c)
Densidade	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC UFSM)	Balança e paquímetro	Determinar a relação massa/volume do material.	ASTM C373-17 (ASTM INTERNATIONAL, 2016)
Varredura de Amplitude	Grupo de Estudos e Pesquisas em Pavimentação (GEPPASV)	Reometro Anton Paar MCR 502	Determinar propriedades de fluxo.	ASTM D4065 (ASTM INTERNATIONAL, 2012)
Índice de Absorção de água	Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC UFSM)	Recipientes impermeáveis, sala climatizada e estufa	Determinar o percentual de água que pode ser absorvido.	NBR 15270-2 (ASSOCIAÇÃO_BRASIL EIRA_DE_NORMAS_TÉ CNICAS_(ABNT), 2017b)

3.2 MATERIAIS

Considerando o objetivo do estudo de avaliar o efeito da incorporação de lodo de ETE nas propriedades de produtos de cerâmica vermelha, é necessário ressaltar o controle das condições e parâmetros em que as matérias primas foram utilizadas. Sendo assim, neste capítulo são apresentadas as condições de origem e preparo de cada material utilizado neste estudo. Mais detalhes referentes a caracterização podem ser consultados no item 4.

3.2.1 Lodo de Estação de Tratamento de Esgoto

3.2.1.1 Origem e coleta

O lodo utilizado é proveniente de Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) gerenciada por uma empresa localizada na cidade de São Gabriel – RS. A ETE é responsável pelo tratamento de efluentes produzidos por cerca de 12 mil habitantes (aproximadamente 19% da população da cidade) o que indica potencial de aumento da quantidade de lodo, com a possibilidade de crescimento das redes de coleta. O esgoto coletado corresponde a esgoto municipal, sem participação de dejetos industriais. O mesmo é classificado como resíduo Classe II A – Resíduo não inerte, de acordo com o estabelecido pela NBR 10004 (2004a).

Tanto a origem quanto o processo de tratamento tem extrema influência na qualidade do esgoto gerado (TYTŁA, 2019). Na ETE, o sistema de tratamento (Figura 5) consiste em um processo primário com gradeamento, que retira materiais sólidos de maior dimensão, decantação de areia, onde as partículas arenosas (e outras) se depositam no fundo do tanque, e tanques Imhoff¹, onde também acontece a decantação dos sólidos e a digestão anaeróbica. Os tanques Imhoff trabalham em conjunto com um filtro biológico e um dispersor sobre leito de pedra. O lodo, que fica armazenado nos tanques, é direcionado aos leitos de secagem (25×25×0,7 m³), onde após o tempo necessário para ocorrer a retirada da umidade, que leva em torno de três meses, é encaminhado para o aterro sanitário.

A coleta do material se deu diretamente nos tanques de secagem (Figura 6), em três pontos distintos (centro e laterais) abrangendo toda a profundidade, com o intuito de garantir que a amostra fosse representativa do lodo de esgoto analisado. Ao todo foram coletados 300 litros de material que foi mantido em contêineres plásticos lacrados para que as propriedades fossem preservadas.

¹ Semelhante à um tanque séptico. Onde acontece a remoção de sólidos e digestão anaeróbica (SPELLMAN, 2013).

Figura 5 - Algumas etapas do sistema de tratamento (a) gradeamento; (b) tanques Imhoff e (c) dispensador sob leito de pedra.

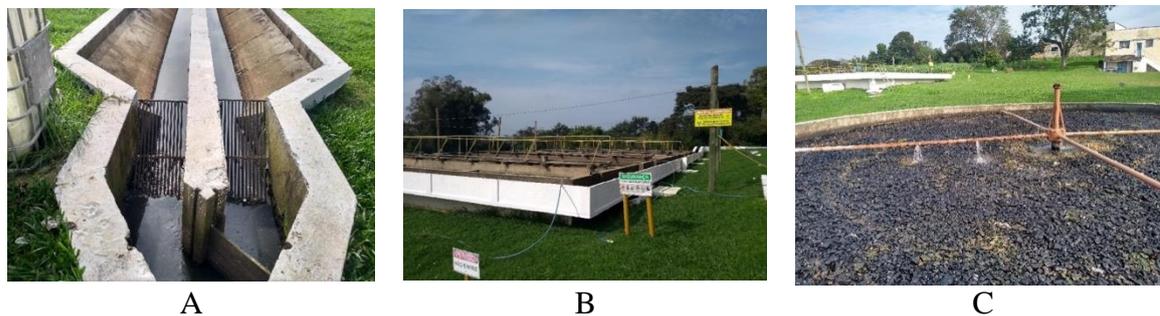


Figura 6 - Tanque de secagem do lodo de esgoto.



3.2.1.2 Beneficiamento

O lodo de esgoto, que ao ser coletado apresentou 4,8% de umidade, foi passado em uma peneira de malha 4,8 mm com a finalidade de retirar raízes, folhas e outros materiais indesejados. Devido ao fato de apresentar grandes aglomerados, também foi destorroado para que os mesmos fossem desfeitos e posteriormente deixado em estufa a 60°C por 48 horas. Posterior a isso o lodo voltou a ser armazenado em contêineres plásticos lacrados até o momento da mistura para produção dos blocos cerâmicos.

3.2.2 Argilas

As argilas utilizadas neste trabalho têm origem em jazidas naturais localizadas no distrito Boca do Monte, pertencente à cidade de Santa Maria – RS. Para fabricação da cerâmica vermelha é utilizada uma composição de diferentes argilas que serão denominadas Argila Escura (AE), Argila Clara (AC) e Argila Vermelha (AV) (Figura 7). Os tipos de argila e os percentuais da mistura (38,37% AE, 38,37% AV e 23,26% AC) foram definidos pela indústria parceira do

projeto. As argilas AE e AV são retiradas das jazidas naturais e depositadas ao ar livre, onde são efetuadas camadas intercaladas de aproximadamente 30 cm. Esse processo é realizado durante um intervalo de seis a doze meses e é responsável pela redução da matéria orgânica, da umidade e homogeneização das argilas. AC é retirada da jazida e imediatamente transportado para a indústria de produção de cerâmicos. Por fim, o composto de AE e AV, já dentro da indústria, recebe a adição do AC como fonte de quartzo, formando a massa argilosa que serve de base para a fabricação dos blocos cerâmicos. O único beneficiamento das mesmas é a mistura dos três materiais com intuito de homogeneização.

Figura 7 - Argilas utilizadas na produção da cerâmica. (A) argila vermelha (B) argila escura e (C) argila clara.



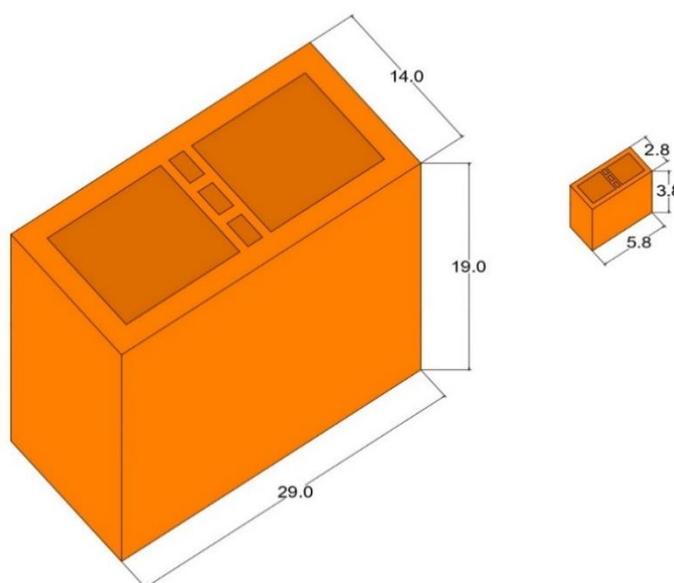
3.3 PRODUÇÃO DAS CERÂMICAS

3.3.1 Preparação das misturas

Para analisar a possível influência da incorporação do lodo de ETE na cerâmica foram utilizados percentuais compreendidos entre 0 e 15% em relação ao peso de mistura de argilas. Os percentuais utilizados foram escolhidos levando em consideração estudos anteriores, onde foi possível identificar que adições baixas (até 5%) são mais eficientes e alteram pouco as propriedades do material produzido (DEVANT; CUSIDÓ; SORIANO, 2011; MARTÍNEZ-GARCÍA et al., 2012). No entanto, com objetivo de extrapolar a curva de substituição e descobrir o limite máximo de utilização possível, foram realizadas adições de valores mais altos de lodo (até 15%). Foram produzidos blocos estruturais de parede maciça, em escala reduzida na proporção de 1:5, considerando que estudos anteriores já utilizaram este fator de escala (SILVA, 2014; MILANI et al., 2021) e obtiveram sucesso no processo de produção dos

mesmos. A geometria dos blocos produzidos em comparação à escala real pode ser observada na Figura 8.

Figura 8 - Geometria dos blocos produzidos em comparação à escala real (medidas em cm).



A umidade foi definida a partir de testes preliminares de extrusão onde a mistura de referência produziu peças sem defeitos em um intervalo de 27% até 31% de umidade, considerando os materiais e equipamentos aqui utilizados. Após a definição da umidade ideal para o sistema de referência, foi realizada a análise das propriedades reológicas, a partir do ensaio de varredura de amplitude, de todas as misturas estudadas variando o percentual de lodo (0% a 15%) e a umidade (25% à 33%), e aquelas que apresentaram características de fluxo parecidas com as ideais foram utilizadas para definir a umidade de extrusão para cada sistema. Os valores de umidade podem ser observados na Tabela 3.

Após definidas as umidades, as argilas e o lodo foram misturados em um misturador tipo sigma de escala semi-industrial (Figura 9) por aproximadamente 10 minutos, com velocidade de lâminas de 35 rpm, sendo misturados 15 kg de material a cada vez. Ainda no misturador a umidade dos materiais foi corrigida para o que havia sido definido previamente.

Tabela 3 Umidade das misturas plásticas para o processo de extrusão.

Quantidade de lodo de esgoto (%)	0	2	5	10	15
Umidade utilizada na extrusão (%)	29	32	31	33	35

Figura 9 - Misturador.



3.3.2 Processo de extrusão

Para realizar a extrusão das misturas foi utilizada uma extrusora de blocos cerâmicos de escala laboratorial, modelo Maromba a Vácuo MVIG-75, da marca Gelenski, com diâmetro de hélice de 75 mm, potência de 1740 rpm e pressão de vácuo de cerca de 600 mmHg. A sua capacidade de produção pode chegar a 500 kg/h. A massa obtida na mistura, é inserida na extrusora, de onde são produzidos tarugos que posteriormente foram cortados no comprimento de cada bloco considerando a retração dos mesmos. Ao serem retirados e cortados os tarugos, foi realizada a medição das dimensões, da densidade aparente e também realizado o ensaio de umidade para garantir o controle do processo e qualidade dos produtos produzidos.

3.3.3 Secagem

A secagem do material cerâmico é de extrema importância para a qualidade dos blocos produzidos. O processo é responsável pela retirada da água da massa, no entanto, necessita acontecer de forma lenta, principalmente no início, com o objetivo de que a cerâmica seque de maneira uniforme, evitando, desta maneira, trincas e fissuras que podem ocorrer tanto na secagem quanto na queima.

O processo de secagem utilizado na fabricação dos blocos cerâmicos foi baseado na metodologia estudada primeiramente por Lindner (2001) e também aplicado por Milani *et al.* (2021). Essa metodologia consiste em duas etapas, uma referente à secagem ao ar e uma à secagem em estufa. A primeira determina que após serem cortados os blocos sejam depositados em estantes em local arejado até que apresentem coloração mais clara e baixa umidade

superficial, fato que depende da umidade e temperatura ambiente do dia e que levou em média 36 horas. Ao atingir essas características os blocos foram levados à estufa elétrica onde acontece a exposição a dois períodos de temperatura diferentes. Um primeiro, onde por pelo menos 12 horas os blocos ficaram a 70 °C, e o segundo, onde também por pelo menos 12 horas, ficaram a 100 °C. Ao sair da secagem as dimensões dos blocos cerâmicos foram determinadas para posterior cálculo da retração. Após a medição foi realizada a queima dos mesmos.

3.3.4 Queima

O processo de queima se deu em forno de laboratório, tipo mufla da marca Sanchis. A queima dos blocos seguiu a curva de aquecimento proposta por Lindner (2001), e também utilizada por Milani et al (2021) que consiste nas seguintes etapas: 10 °C/min até 500 °C, 2,5 °C/min entre 500 e 600 °C e novamente 10 °C/min até atingir a temperatura de 930°C, onde permanece em um patamar por 3 horas. Posterior à queima, os blocos permaneceram no forno até que a temperatura baixasse para valores em torno de 350 e 400°C, quando a porta do forno foi entreaberta até que o material entrasse em equilíbrio térmico com o ambiente. Após a retirada do forno os blocos foram caracterizados através de análises físicas, mecânicas e microestruturais, por meio dos ensaios de absorção de água, microscopia eletrônica de varredura, resistência à compressão axial, densidade aparente, retração linear, lixiviação e solubilização, conforme na Tabela 2.

4 ARTIGO I: POTENTIAL RE-USE OF SEWAGE SLUDGE AS A RAW MATERIAL IN THE PRODUCTION OF ECO-FRIENDLY BRICKS

Tuani Zat¹, Mariana Bandeira¹, Naquiele Sattler¹, Ana M. Segadães², Robinson C.D. Cruz³, Gihad Mohamad¹, Erich D. Rodríguez^{1*}.

¹Department of Structures and Civil Construction. Center of Technology, Federal University of Santa Maria. Brazil. Av. Roraima 1000. Prédio 10A, Santa Maria, RS. CEP: 97105-900

² Department of Materials and Ceramic Engineering (CICECO), University of Aveiro. Portugal.

³ Instituto de Materiais Cerâmicos, University of Caxias do Sul. Brazil.

tuaniyat96@gmail.com; marianabandeira@gmail.com; segadaes@ua.pt;
robinson.cruz@ucs.br; gihad@ufsm.br; erich.rodriguez@ufsm.br

*corresponding author: erich.rodriguez@ufsm.br

Abstract

Wastewater treatment plants generate a high volume of sewage sludge that, although it is classified as class II-A (not inert) non-hazardous waste, is commonly disposed of in sanitary landfills. Hence the environmental urge to assess its valorization possibilities. The present study describes the use of a sewage sludge as raw material in the production of red ceramic bricks. The sludge was added to the plastic clay mixture in contents up to 15 wt.%. Technological changes to the production process were assessed in terms of how the sludge modified the plasticity of the mixture and its subsequent extrudability. To this aim, shear strain amplitude sweep tests were conducted on prismatic test-bars produced with different moisture and sludge contents in order to identify the best moisture conditions for the extrusion of high-quality products. The total linear shrinkage after drying and firing, as well as the water absorption, were within the limits required for ceramic bricks for all the sludge contents. The results for compressive strength of the fired bricks also demonstrate that the incorporation of up to 15 wt.% sewage sludge into the clay mixture is highly feasible for the production of extruded ceramic bricks.

Keywords: sewage sludge; extruded ceramics; waste valorization; clay brick; building material.

1. Introduction

The world's population is currently around 7.7 billion people with a growing demand for non-renewable resources (United Nations (UN), 2019), among which drinking-water can be considered the most important utility and resource for sustainable development. The water consumption directly translates into the quantity of sewage generated, which (in countries with basic sanitation facilities) is directed to special plants for treatment and decontamination. The wastewater treatment generates a semi-solid waste constituted by organic matter (~44 wt.% dried material) and water (~50-60%) (Kor-Bicakci and Eskicioglu, 2019), which is generally known as sewage sludge from wastewater treatment plants (SS-WWTP). This waste is highly

heterogeneous and its physicochemical characteristics depend on multiple parameters, such as the type of treatment applied, the origin of the collected sewage (urban, industrial, rural), and the weather (Martínez-García et al., 2012).

The global production in 2017 of dried sewage sludge was approximately 45 millions of tons (Zhang et al., 2017). In Europe, it was estimated that 13 millions of tons of SS-WWTP were generated during 2020 (Mininni et al., 2015). In 2010, the sludge disposed of in Brazil was estimated to be between 150×10^3 and 250×10^3 ton/year (Pedroza et al., 2010), which strongly suggests that the current data might be considerably higher. In Brazil, the most common disposal destinations for SS-WWTP are the sanitary landfill (45%) and agriculture (6%). However, there is an environmental concern about the final disposal of a great part of the sewage sludge generated (estimated in ~49%) (Leblanc et al., 2008). Therefore, considering the huge numbers related to its generation, the SS-WWTP is currently a global issue that must be faced. Also, the consolidation of new environmental policies and taxes for industrial waste disposal led to the development of feasible alternatives for its valorization (Shi et al., 2018).

In developing countries the incorrect disposal (or discharge without any treatment or control) is the most common practice with significant environmental impacts and potential harm to human health due to the presence of heavy metals (including Ar, Cd, Pb, Hg and Ni) and pathogens (microorganisms responsible for the flu, hepatitis A and B, tetanus, yellow fever and rubella) (Urban and Isaac, 2018). In this scenario, studies have assessed different routes for SS-WWTP valorization through its use as a raw material in some production processes. The major limitations for a more environmentally friendly SS-WWTP reuse are its typical heterogeneity and, most of all, the high content of free water, which is not easy to remove at low cost. Natural drying and mechanical dewatering are processes widely applied in the sludge treatment, but its moisture and volume are still large. Another difficulty is the putrefaction (including foul smell and bacteria proliferation) as a consequence of the high organic matter content. These disadvantages represent technical and economic challenges to a wider use of SS-WWTP within other industrial sectors.

Nevertheless, the SS-WWTP has been used as alternative source for C, P and N recovery (Guangyin, Zhen; Youcai, 2017): in the production of biofloculants (Shi et al., 2018) and fertilizers (Pedroza et al., 2010), in thermal processes, such as pyrolysis (Karayildirim et al., 2006), incineration and gasification (Panepinto et al., 2016), as well as in the production of different construction materials (Chang et al., 2020; Hamood et al., 2017).

Within the construction industry, the SS-WWTP can be included in the production of Portland clinker (Valderrama et al., 2013), and used after calcination as light aggregate for concrete (Tuan et al., 2013), expanded clay pellets/aggregates (Cusidó and Soriano, 2011), or supplementary cementitious material for blended-cements (Hamood et al., 2017).

In the ceramic industry, the SS-WWTP can also be used as received (or partially dried) (Alleman and Berman, 1984; Cusidó et al., 2003; Slim and Wakefield, 1991; Ukwatta et al., 2015; Wang et al., 2012; Zhou et al., 2013), dried (Amin et al., 2018; Areias et al., 2017; Cusidó and Cremades, 2012; Jordán et al., 2005; Liew et al., 2004; Martínez-García et al., 2012; Taki et al., 2020; Weng et al., 2003; Zhang et al., 2016) or even calcined (Anderson and Skerratt,

2003; Baruzzo et al., 2006; Deng-Fong and Chih-Huang, 2001; Devant et al., 2011; Okuno and Takahashi, 1997; Tay, 1987; Wiebusch and Seyfried, 1997). Initial studies on the use of SS-WWTP date back to the 1980's (Alleman and Berman, 1984; Tay, 1987), when the high potential of the incorporation of the sludge in the production process was demonstrated by the basic physical-mechanical characterization of bricks. The inorganic fraction of SS-WWTP is mainly constituted by SiO_2 , Al_2O_3 , CaO and Fe_2O_3 , which is similar to the chemical composition of the clays used in the ceramic industry. However, the performance of ceramic products derived from the reuse of SS- WWTP depends on the content of organic matter, which affects firing shrinkage, porosity, density, water absorption, and mechanical strength (Lynn et al., 2016; Ukwatta et al., 2015).

Given the high physical and chemical heterogeneity of sludges produced by different processes and in different world regions, the maximum addition of sludge to a plastic clay blend for the fabrication of ceramic products can vary enormously, from <2.5 wt.% (Areias et al., 2017), <5 wt.% (Martínez-García et al., 2012), <10 wt.% (Amin et al., 2018; Anderson and Skerratt, 2003; Devant et al., 2011; Wang et al., 2012; Weng et al., 2003), to even 20 wt.% (Cusidó and Cremades, 2012; Deng-Fong and Chih-Huang, 2001; Liew et al., 2004), with acceptable reduction (within the limits recommended by standards) in the mechanical performance of the final fired product. As expected, a lower performance was observed when the content of sludge was increased (Deng-Fong and Chih-Huang, 2001). Based on the literature, there is also a wide range of firing temperatures (from 880 °C, up to 1210 °C) (Amin et al., 2018; Baruzzo et al., 2006; Cusidó et al., 2003; Cusidó and Cremades, 2012; Devant et al., 2011; Liew et al., 2004; Martínez-García et al., 2012; Monteiro et al., 2008; Montero et al., 2009; Taki et al., 2020; Ukwatta et al., 2015; Wang et al., 2012; Weng et al., 2003; Zhang et al., 2016).

Nonetheless, it has been shown (Zhou et al., 2013) that the inclusion of 60% of semidried SS-WWTP (moisture <3 wt.% and organic content ~26%) in the production of ceramics tiles fired at 1210 °C, can be feasible. In this sense, to control the shrinkage due to the firing process, the sludge content and the temperature were found to be key factors (Deng-Fong and Chih-Huang, 2001).

Besides the physical-chemical properties of the final fired products (bricks, tiles), the technical use of SS-WTPS as a replacement for clay-based raw materials in the ceramic industry also depends on how this material affects the performance during the production process (mainly shaping and drying). Currently, it is not fully understood how the SS-WWTP modifies the plasticity and consistency of the clay blend and its behavior during the extrusion process. Although bricks, tiles and other ceramic building products are commonly shaped by extrusion, few reports have addressed this shaping process (Alleman and Berman, 1984; Cusidó and Cremades, 2012; Deng-Fong and Chih-Huang, 2001; Devant et al., 2011; Tay, 1987; Zhang et al., 2016; Zhou et al., 2013). In this regard, the green mixture should exhibit low viscosity at high shear stress during the extrusion, but high viscosity and stiffness at the end of the process so that the extrudate retains its shape. Thus, the extrusion process is strongly dependent on the rheological properties of the clay mixtures, as well as on the extruder setups, and only rheological measurements can provide an accurate answer in terms of the energy required for a specific deformation. The use of oscillatory (amplitude sweep) tests can be particularly

enlightening to characterize the viscoelastic behavior of the plastic paste being extruded. While within the linear viscoelastic region, the real and the imaginary components of a complex shear modulus (G^*) can be measured: the real component, or elastic storage modulus (G'), represents the material's elasticity, recoverable; the imaginary component, or viscous loss modulus (G'') represent its viscous fraction, i.e. that part of the deformation energy that is irreversibly lost in form of shear heat (Mezger, 2014).

Among the clay-blend properties, the particle size distribution, additives and moisture content are the key parameters to be considered for the shaping process. According to the literature (Deng-Fong and Chih-Huang, 2001), a higher content of SS-WWTP reduces the plasticity and workability of the mixture during the extrusion. Few studies (Devant et al., 2011; Liew et al., 2004; Monteiro et al., 2008; Taki et al., 2020; Ukwatta et al., 2015; Wang et al., 2012; Weng et al., 2003; Zhang et al., 2016) report on the assessment of the plasticity of the mixture by the Atterberg limits, which have been widely used for the classification of soils due to its easy implementation and low-cost, or the Pfefferkorn apparatus (Amin et al., 2018). Indeed, traditional tests used for the characterization of soils have been used for an empirical correlation and assessment in the shaping process of clay-based products (Andrade et al., 2011). However, the understanding about how the SS-WWTP addition impacts the rheological properties and the shaping process efficiency of clay-based mixtures have not been fully covered.

The aim of this paper is to assess the effects of the addition of SS-WWTP to clay-based mixtures used in the production of small-scale structural red-clay bricks. To this aim, the production process parameters, such as plasticity and drying shrinkage of mixtures containing up to 15 wt.% SS-WWTP will be assessed. Rheological measurements will be carried out to adjust the moisture content of the mixture and a single screw extruder will be used. Physical and mechanical properties of the fired bodies, e.g. dimensional stability, water absorption, density and compressive strength, will be determined and compared to the properties and limits recommended by the relevant Brazilian standards.

2. Experimental

2.1. Materials conditioning and characterization

The sewage sludge was collected from a Brazilian wastewater treatment plant located in a city of about 12,000 inhabitants. The treatment plant receives ~20 % of the overall residential wastewater. No industrial wastewater streams are mixed therein. The sewage sludge is generated in the primary treatment, which includes basin decantation, anaerobic digestion and biological filtering. The sludge is kept in drying tanks ($25 \times 25 \times 0.7 \text{ m}^3$) for three months for biological stabilization and reduction of the moisture under natural environmental conditions. Samples were collected mechanically from three points (both in central and external areas inside the drying tank), resulting in a total volume of three hundred liters, which was stored in sealed plastic containers.

The sludge as received showed a moisture of 4.8 wt.%, with the presence of agglomerates and a large amount of coarse organic matter, like plant leaves, roots and stems. This organic fraction was manually removed using a 4.8 mm mesh sieved. The remainder sludge was milled in a jaw

crusher to reduce the agglomerates size (2 mm maximum output length) and then oven dried at 60 °C for 48 h, to guarantee an equilibrium moisture below 1 wt.%.

Three different clays were used to produce the clay mixture: a dark clay (DC); a red clay (RC), and a bright clay (BC). None required a preliminary conditioning and were used as received.

The chemical composition was determined by X-ray fluorescence (XRF, Bruker S2 Range energy-dispersive spectrometer). The minerals present in the materials were identified by X-ray diffraction (XRD, Bruker D8 advance diffractometer) using the Cu K α radiation ($\lambda=1.54178$ Å) between 5 and 65° 2 θ , with a step size of 0.02 degrees, scanning rate of 0.5 degrees/min. Particle size analysis was carried out using static laser scattering (SLS, Anton-Paar PSA 1090). The powder's specific surface area was determined by N₂ adsorption single-point B.E.T (Quantachrome Quadrasorb evo) after heat treatment at 100 °C for 15 h. The morphology of the SS-WTPS particles was observed by scanning electron microscopy (SEM, Jeol JSM6360 with high vacuum mode and accelerating voltage of 20 kV).

2.2. *Measurement of plasticity/consistency of the blends*

A reference clay blend was prepared using (dry basis) 38.37 wt.% DC, 38.37 wt.% RD and 23.26 wt.% BC. The SS-WWTP containing mixtures were then prepared by replacing 2, 5, 10 and 15 wt.% clay blend by the dried sewage sludge (moisture < 1 wt.%).

The moisture of the various clays/SS-WWTP blends was adjusted in order to achieve an adequate plasticity and consistency for the extrusion. Initially, the consistency was quantified by Atterberg limits NBR 6459 and NBR 7180. Then, a more detailed quantification was carried out through the measurement of different rheological parameters using a dynamic torsional oscillation rheometer (Anton-Paar MCR502). Preliminary results showed that the reference clay blend required 29 \pm 0.5% moisture (henceforth designated as 0SS-29m) to display adequate extrudability and produce high-quality green bricks with no surface aesthetic or dimensional defects, with a green bulk density of 1800 kg/m³. Around this moisture content, a set of 25 different samples (different SS-WWTP and moisture contents) were tested (Table 1). Green prismatic samples were cast into stainless steel molds of 40 \times 10 \times 5 mm³ (Figure 1A) and compacted under 3 MPa. This load was found to be adequate to ensure that a bulk density of 1840 \pm 80 kg/m³ was obtained. These prismatic samples were then subjected to the torsional (amplitude sweep) test. The sample is held upright as shown in Figure 1B (40 mm height, applied load < 1 N) and the upper support generates the torsional movement with an amplitude of 10 Hz (62.83 rad/s), while imposing a shear strain from 0.001 to 25 % (ASTM D5279-14). These conditions guarantee that the storage and loss modulus (G' and G'' , respectively) were measured in the linear viscoelastic region. The loss of moisture in all the samples during testing was found to be negligible (<1%).

Table 1. Sample ID, content of SS-WWTP and moisture (wt.%) used in the torsional oscillation tests for the assessment of plasticity/consistency of the blends.

Content of SS-WWTP (wt.%)	Moisture (wt.%)				
	25	27	29	31	33
0	--	--	0SS-29m	--	--
2	2SS-25m	2SS-27m	2SS-29m	2SS-31m	2SS-33m
5	5SS-25m	5SS-27m	5SS-29m	5SS-31m	5SS-33m
10	10SS-25m	10SS-27m	10SS-29m	10SS-31m	10SS-33m
15	15SS-25m	15SS-27m	15SS-29m	15SS-31m	15SS-33m

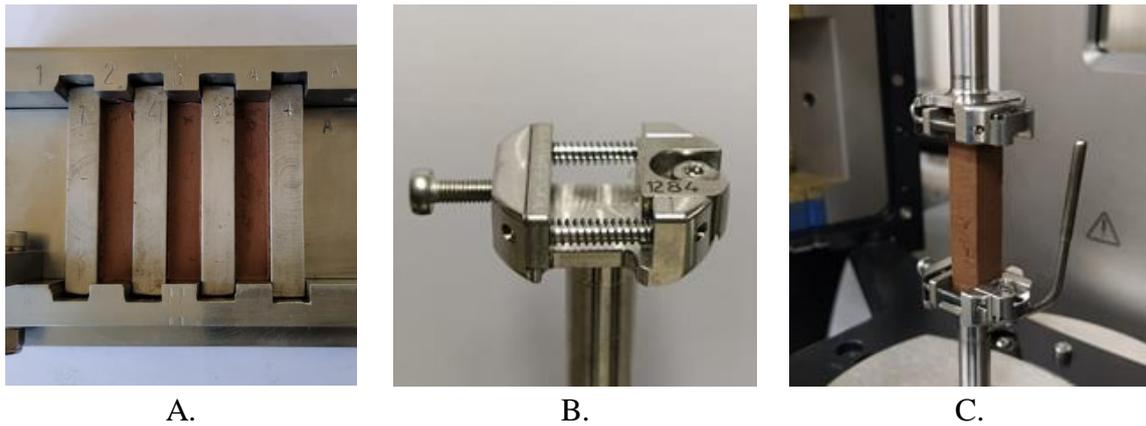


Figure 1. Sample preparation and torsional test used for the rheological measurements. A. Stainless steel molds used to shape the prismatic test-samples; B. Sample holder used in the torsional test; C. Prismatic test-sample in the rheometer ready for the torsional test.

2.3. Production of bricks

Based on the results obtained in the torsional tests, the optimum moisture content for best extrudability and performance in the extrusion process was defined for each of the various clays/SS-WWTP blends. The blends were mixed and mechanically homogenized during 10 min in a kneader mixer (35 rpm blade speed, 15 kg of material, chamber volume of ~40 L), after which the corresponding moist pastes could be extruded. To this aim, a laboratory extruder (Varlali/Model n°1) with a single screw with a 115 mm diameter at 35 rpm was used. The 0.9 m long conical entry die consists of a 150 mm diameter circular entry section and a 990 mm² rectangular exit section. The final shape, setup and dimensions are a 1:5 reduced scale (Figure 2) relative to those of a structural block (NBR 15270-2). Extrusion was carried out under vacuum (150 mm/Hg) at a velocity between 22 and 39 mm/s (calculated from the exit velocity of the extruded billet). The process was closely observed to ensure the production of a homogeneous extruded billet with no surface or volumetric defects. The extruded green billets were cut into individual bricks which were dried under ambient conditions at 25-30 °C and 50-60 % of relative humidity for 40 h followed by oven drying at 60 °C for 12 h and then at 100 °C for 12 h. The dried bricks were fired in air for 5 h (cold-to-maximum) in an electric furnace. The firing cycle included a heating ramp at 10 °C/min up to 500 °C, 2.5 °C/min between 500

and 600 °C, and 10 °C/min up to 930 °C. This maximum temperature was held for 3 h followed by furnace cooling (~5 °C/min cooling rate).

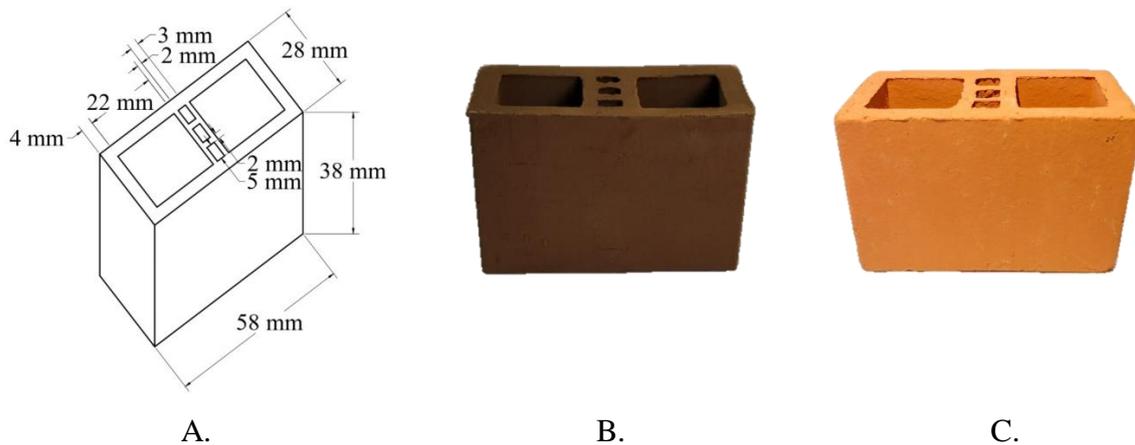


Figure 2. Ceramic brick produced by the laboratory extrusion. A. Shape and dimensions of the 1:5 reduced scale brick produced; B. Extruded green body; C. Final fired brick.

2.4. Characterization of bricks

The linear shrinkage of the bricks was determined after drying and firing according to NBR 15270-2(2017c). The water absorption and bulk density were calculated for fired bricks (NBR15270-2). Compressive strength was determined in 20 samples per mixture using a Universal testing machine (Instron 15000 HDX) with a loading rate of 0.3 mm/min. The characteristic compressive strength was calculated according to NBR 15270-1. Statistical analysis of the data was carried out through analysis of variance (ANOVA) and Weibull distribution according to ASTM C1239-13.

3. Results and Discussions

3.1. Materials characterization

Based on the chemical composition and heavy metals leaching concentration (Table 2), according to NBR 10004, the sludge is classified as class II-A (not inert) non-hazardous waste. The dried material exhibited a volume mean particle size ($D_v[4,3]$) of 29.57 μm , D_{90V} of 57.74 μm , density of 2239 kg/m^3 , and specific surface area of 4998 m^2/g . The SS-WWTPS particles exhibited an irregular/heterogenous shape, as shown by the SEM micrograph in Figure 3.

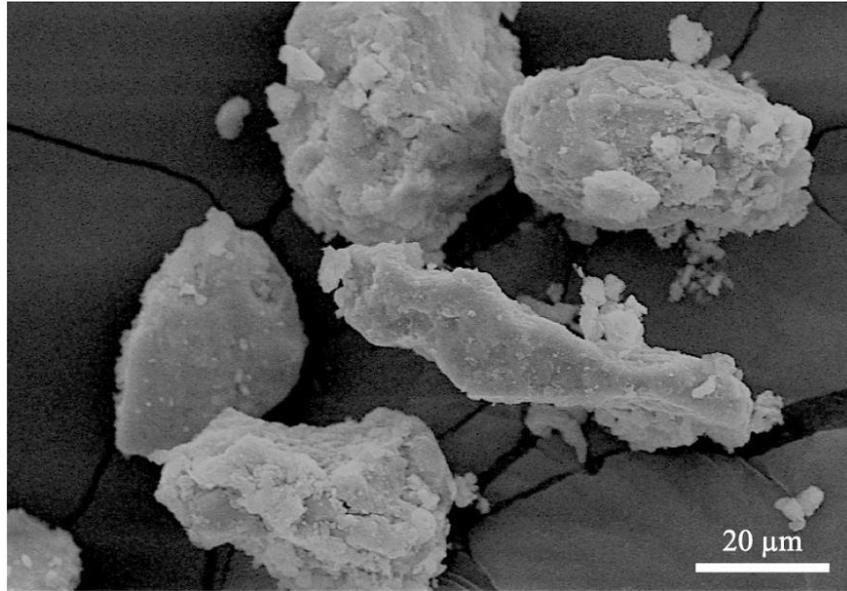
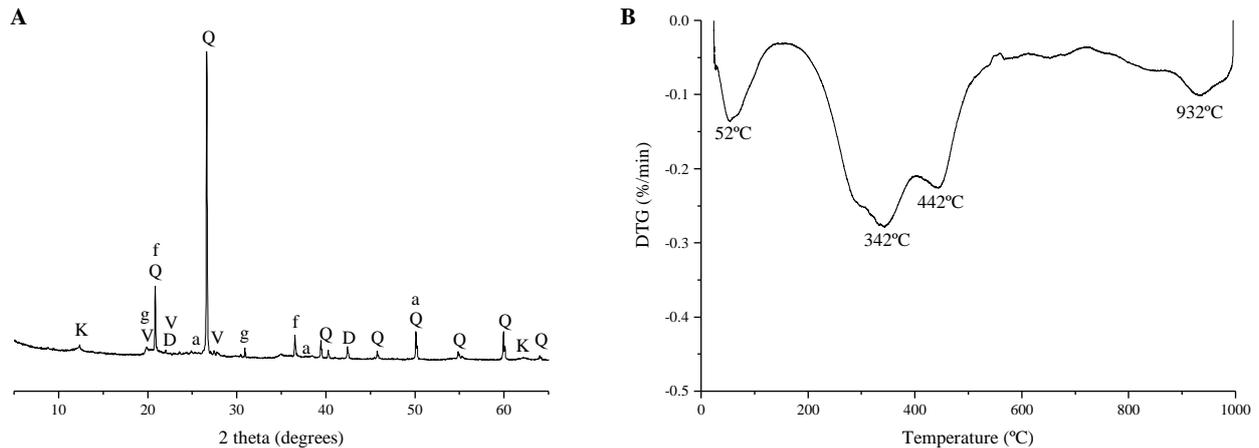


Figure 3. Scanning electron microscopy micrograph of the dried sewage sludge (SS-WWTPS).

Table 2 Chemical composition of the sludge (XRF, expressed as oxides) and total metal content determined by leaching (NBR-10005) and solubilization (NBR-10006) through Standard Methods for the examination of water and wastewater (SMEWW).

Chemical composition (wt.%)	content (mg/L)					
	Leaching	NBR limit value for leaching	Solubilization	NBR limit value for solubilization		
SiO ₂	48.43	Ag	<0.010	5.0	0.012	0.050
Al ₂ O ₃	8.92	Al	--	--	2.367	0.2
Fe ₂ O ₃	6.86	As	0.016	1.0	0.022	0.010
SO ₃	2.21	Ba	0.156	70.0	0.096	0.70
CaO	2.10	Cd	<0.010	0.5	0.005	0.005
P ₂ O ₅	1.67	Cl	--	--	0	250.0
K ₂ O	1.50	Cr	<0.050	5.0	<0.050	0.05
TiO ₂	1.22	Cu	--	--	0.177	2.0
MgO	0.32	F ⁻	5.70	150.0	10.3	1.5
ZrO ₂	0.17	Fe	--	--	14.56	0.3
ZnO	0.15	Mn	--	--	2-078	0.1
CuO	0.07	NO ₃ ⁻	--	--	67.59	10.0
V ₂ O ₅	0.05	Na	--	--	47.94	200
MnO	0.03	Pb	<0.010	1.0	<0.010	0.010
SrO	0.02	SO ₄ ²⁻	--	--	1123.10	250
PbO	0.01	Se	<0.010	5.0	<0.010	0.010
Others	0.03	Zn	--	--	8.48	5.0
L.o.I.	26.23					

L.o.I. Loss on ignition at 950 °C.



Q: quartz; g: gonnardite; D: diaspore; a: aragonite; f: goethite; K: kaolinite; V: muscovite

Figure 4. Characterization of the sewage sludge (SS-WWTP): A. Mineralogical composition (XRD); B. Thermogravimetric analysis.

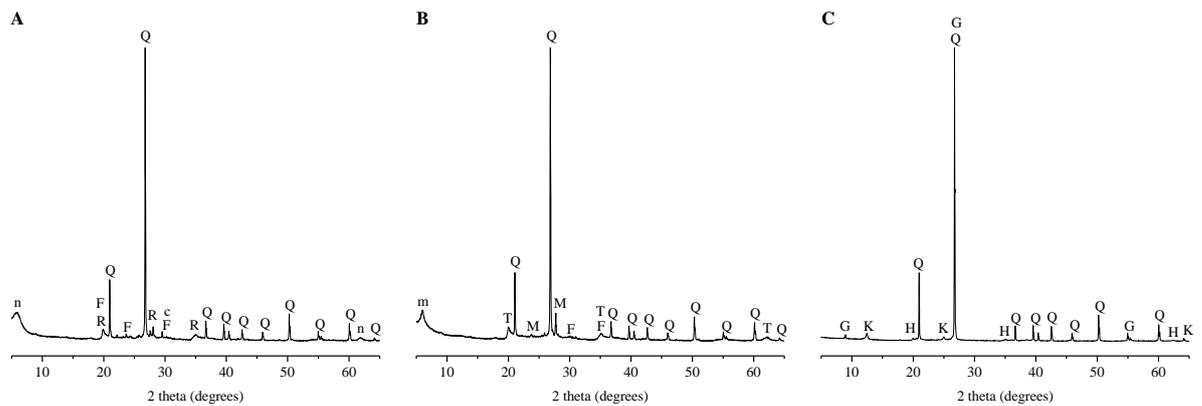
Table 3 Chemical composition (XRF, expressed as oxides) and some physical properties of the clays used.

	Red clay (RC)	Dark clay (DC)	Bright clay (BC)	
Chemical composition (wt.%)	SiO ₂	55.93	61.91	67.41
	Al ₂ O ₃	10.76	14.83	17.58
	Na ₂ O	5.86	-	-
	Fe ₂ O ₃	5.44	6.26	4.36
	K ₂ O	3.47	3.23	2.96
	CaO	3.90	1.45	0.50
	TiO ₂	1.16	1.12	0.87
	P ₂ O ₅	0.93	0.84	1.28
	SO ₃	0.74	0.58	0.79
	Cl	0.44	0.46	0.55
	ZrO ₂	0.24	0.13	0.10
	MnO	0.08	0.07	0.07
	MgO	2.29	-	-
	L.o.I.	8.75	9.11	3.54
Physical properties	Density (kg/m ³)	2840.5	2756.0	2724.5
	Atterberg Liquid limit (%)	43	56	--
	Atterberg Plastic limit (%)	24	24	--
	Atterberg Plasticity index (%)	26	33	--
	Organic matter content (%)	2.06	3.15	0.33
	Mean particle size D _v [4,3] (μm)	32.20	40.55	24.44
	Percentile D _{90v} (μm)	64.91	85.90	52.87
	Percentile D _{50v} (μm)	25.70	29.84	18.29
Percentile D _{10v} (μm)	5.10	5.54	2.83	

L.o.I. Loss on ignition at 950 °C.

The chemical composition and some physical properties of the clays used for the production of the bricks are shown in Table 3. Fluxing oxides (alkaline and alkaline earth) are present in important contents, particularly so in RC (~15 wt.%), and they are expected to have a major contribution to the development of a liquid phase during firing. Based on the X-ray diffractometry (Figure 5), quartz (SiO₂; PDF# 01-085-1054) is identified in all the clays. The DC is constituted by montmorillonite (Al₄Si₈O₂₄Ca; PDF# 96-900-2780), tosudite ((Ca,

$(K)_{0.8}Al_6(Si,Al)_8O_{20}(OH)_{10}\cdot 4H_2O$; PDF# 00-046-1463), calcium mica ($Al_3Ca_{0.5}O_{11}Si_3$; PDF# 00-046-1463) and magnetite (Fe_3O_4 ; PDF #01-089-0951). The phases identified in RC were Na-montmorillonite ($Na_{0.3}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2\cdot xH_2O$; PDF# 00-003-0015), rectorite ($(K_{1.2}Al_4Si_8O_{20}(OH)_4\cdot 4H_2O$; PDF# 00-029-1495), magnetite (Fe_3O_4 ; PDF# 01-089-0951) and calcite ($CCa_{0.97}Mg_{0.03}O_3$; PDF #01-089-1304). BC contains kaolinite ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$; PDF# 96-900-9231), glauconite ($Fe_2H_2KO_{12}Si_4$; PDF# 00-002-0466) and halloysite ($Al_2H_4O_9Si$; PDF# 00-009-0453). The majority of the identified minerals contain structural water, which will be released (dehydroxylation) upon heating. This is consistent with the loss on ignition values reported in Table .



n: Na-montmorillonite; R: rectorite; F: magnetite; Q: quartz; c: magnesium calcite; m: montmorillonite; T: tosudite; M: calcium mica; G: glauconite; K: kaolinite H: halloysite

Figure 5. Mineralogical composition (XRD) of the clays. A. Red clay (RC); B. Dark clay (DC); C. Bright clay (BC).

3.2. Plasticity/consistency of the green pastes

The Atterberg test can provide a first insight into the plasticity of the mixtures. It is widely used in geotechnical engineering, even if the sample preparation technique, i.e. thread-rolling method, is strongly dependent on the operator dexterity and affects the accuracy of the results (O'Kelly et al., 2018). The values in Table 4 for the Plastic Limit (PL), $23\pm 1\%$, and the Plasticity Index (PI), 13 ± 1 , do not show significant differences regardless of the SS-WWTP content. The PI is in agreement with other results obtained by Weng et al. (2003) and Deng-Fong and Chih-Huang (2001), where noteworthy differences were not identified, even for a sludge content as high as 30 wt.%. However, controversy in the literature still exist over the sludge effect in the mixtures plasticity. A reduction in plasticity and a higher water content for the shaping process have been reported (Lynn et al., 2016), as well as a higher PI at higher sludge contents (Wang et al., 2012). This discrepancy should be associated to the different physicochemical properties of the particular sludge, mainly its particle size distribution, type of exchangeable ions, as well as organic matter and salts content, and of the type of clays.

Some studies recommend PI values higher than 10 (Monteiro et al., 2008) or between 8 and 18 (Liew et al., 2004) to obtain an extrudable clay mixture, with adequate plasticity and consistency for an efficient extrusion process that results in high quality products with dimensional stability and defect free. However, the organic matter content of the mixture

increases with the SS-WWTP content and a higher plasticity is to be expected (or at least different plasticity values). Thus, although the results obtained in this work are within those recommended limits, they do not show clear evidence on how the plasticity is modified by the presence of the SS-WWTP. In this regard, rheological measurements provide an accurate answer in terms of the energy required for a specific deformation.

Table 4. Atterberg limits of the green clays/SS-WWTP blends.

Content of SS-WWTP (wt.%)	Sample ID	Liquid limit (LL) %	Plastic limit (PL) %	Plasticity index (PI)
0	0-SS	35	23	12
2	2-SS	35	23	12
5	5-SS	37	23	14
10	10-SS	36	22	14
15	15-SS	36	23	13

The results from the torsional test (amplitude sweep test) for the reference mixture (without SS-WWTP) at different moisture contents (25-33 wt.%) are shown in Figure 6. From this oscillatory test, the elastic storage modulus (G') and viscous loss modulus (G'') show the viscoelastic behavior of the mixtures (Figure 6A and B, respectively). The results show clearly that a higher water content reduces both storage and loss moduli.

Moreover, preliminary extrusion test with the reference mixture showed that, at low and high water contents, it was not possible to produce bricks without surface defects. The extruded billet was quite brittle with cracks and scratches on the surface (Figure 6C) at low moisture (<27%). On the other hand, higher water content (moisture >31%) resulted in a heterogeneous flux that also generated cracks and broken surface on bricks walls (Figure 6D). An ideal moisture content range, or extrudability window, was, therefore, identified (highlighted in green in Figure 6A and B) for the production of defect-free bricks with smooth surface and suitable cohesiveness (FigureE).

This extrudability window should be correlated with the G' and G'' moduli (Figure 6A and B). Plasticity is strongly dependent on how the water in the mixture displaces the air from the voids between the particles, reducing their friction and consequently the mixture's yield stress, as well as the body cohesion (bonding between these particles through liquid bridges) derived from surface tension in the air-water interface. The clay mixture can be molded by extrusion when the moisture content provides a system close to a funicular state (Schiavo et al., 2018). Given the differences between the physical characteristics of the clays and the sludge, different particle packing and extrusion-water demand are to be expected. In other words, the rheological behavior should be different when the sludge is added to the clays blend.

The addition of SS-WWTP slightly increases the blend stiffness (G' and G'' curves shift to higher values), for all moisture contents (Figure 7). The extrudability window for the reference mixture, already seen in Figure 6A and B, is also highlighted in green in Figure 7. By

comparison, those blends containing SS-WWTP whose G' and G'' curves fall within this extrudability window can be considered as having the required conditions for brick extrusion. In this sense, mixtures with 2, 5 and 10 wt.% of SS-WWTP showed an optimal behavior for moisture contents between 31 and 33 wt.%. For 15 wt.% of SS-WWTP, the moisture content required for an extrudable mixture should be higher than 33 wt.%.

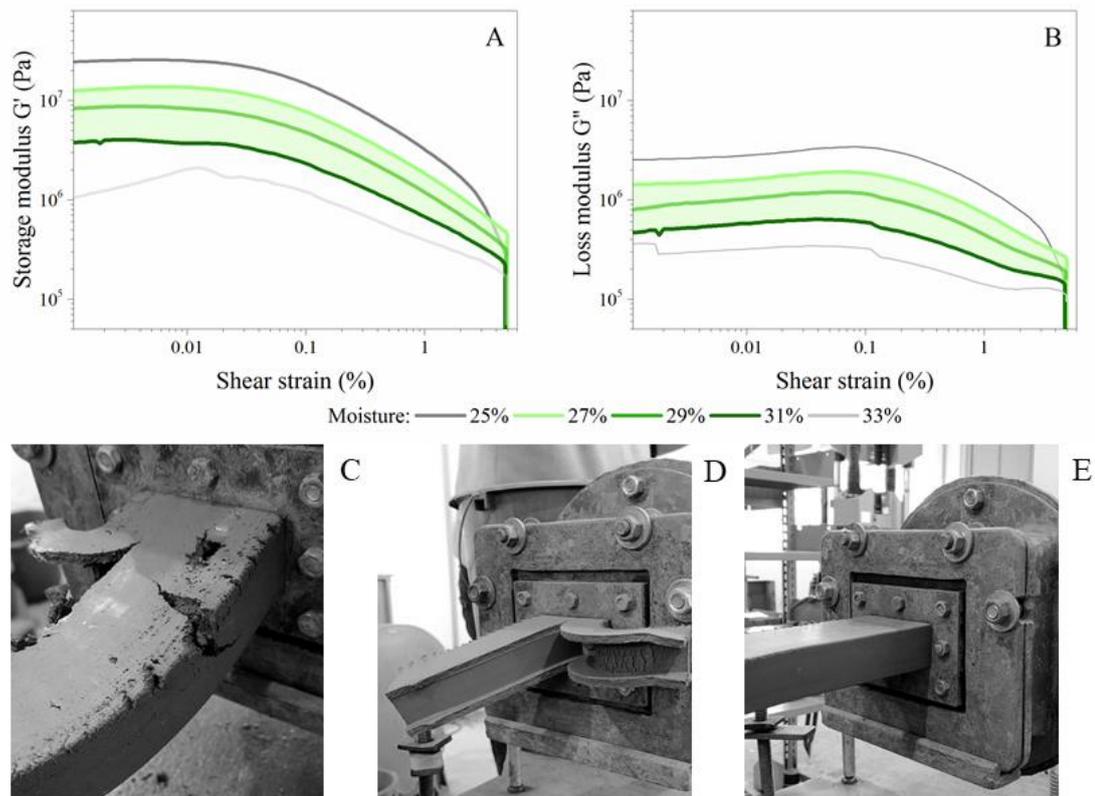


Figure 6. Results obtained from the rotational amplitude sweep test for the reference mixture (0 wt.% SS-WWTP) with different moisture contents (extrudability window highlighted in green): A. Storage modulus; B. Loss modulus. Images of the actual extrusion process: C. Low moisture content; D. High moisture content; E. Best moisture content.

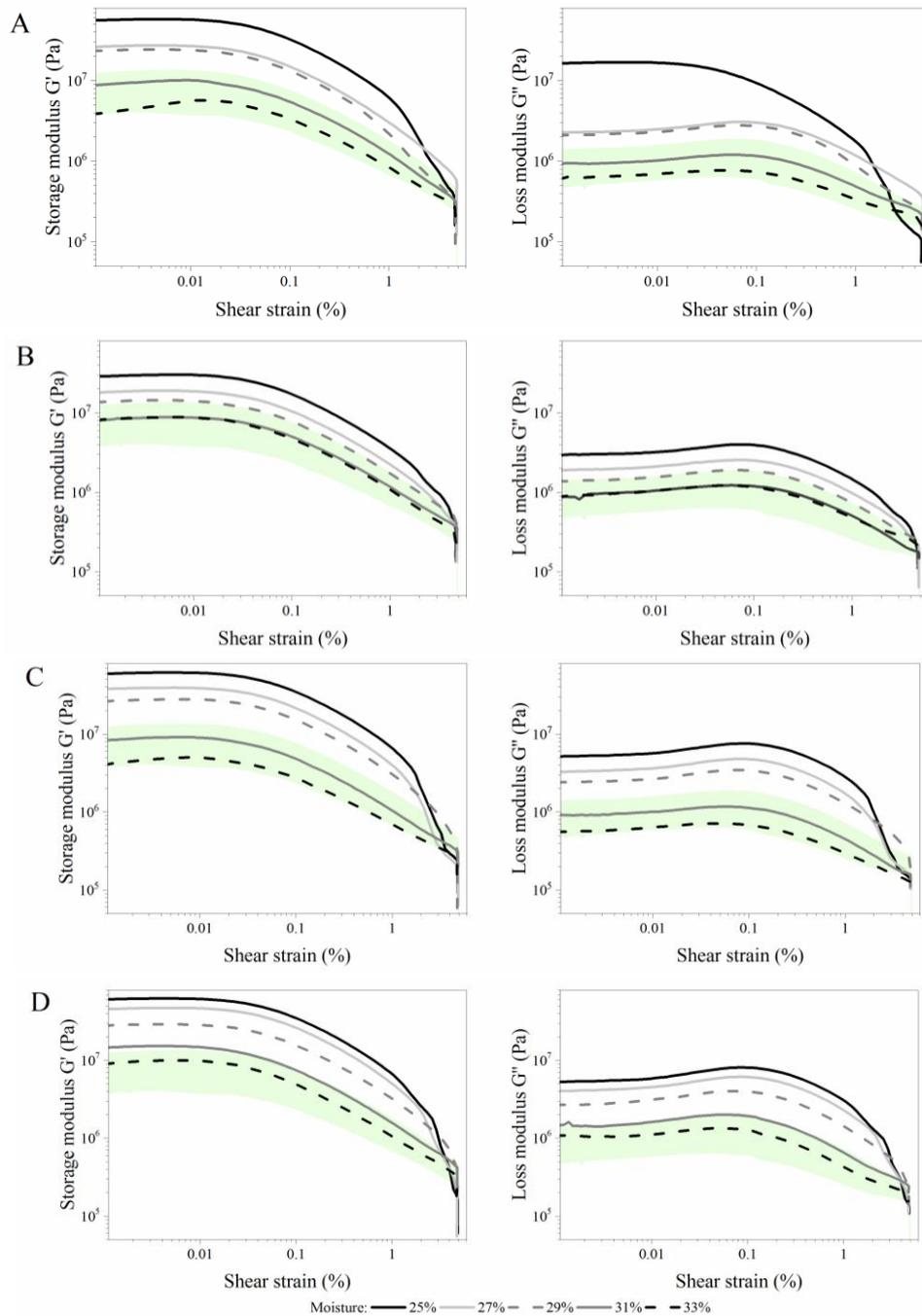


Figure 7. Results obtained from the rotational amplitude sweep test for the blends with different SS-WWTP contents. A. 2 wt.%; B. 5 wt.%; C. 10 wt.%; D. 15 wt.%. Extrudability window for the reference mixture (0 wt.% SS-WWTP, as seen in Figure A and B) is highlighted in green.

3.3. Assessment of the extrusion process

Based on the results obtained in the torsional tests, the moisture of the blends with different SS-WWTP contents was adjusted (increased) to fit within the extrudability window identified by the deformation moduli (G' and G''). Table 5 shows the actual moisture values used for the

extrusion process. As a result, the water content used for the blend with 15 wt.% sludge was ~21% higher than that used for the reference blend.

Table 5. Moisture of the plastic mixture for the extrusion process.

Sample ID	0-SS	2-SS	5-SS	10-SS	15-SS
Content of SS-WWTP (wt.%)	0	2	5	10	15
Moisture used for the extrusion (wt.%)	29	32	31	33	35

From a technological point of view, different extrusion water contents have immediate consequences on the drying and firing shrinkage during the ceramic production. Larger dimensional changes increase the probability of cracking and deformations of the final ceramic product. In this respect, the blend with the lowest sludge content (2-SS) did not show significant differences in linear shrinkage when compared to the reference mixture (Figure 8A). The linear drying shrinkage increases significantly at higher sludge contents with values even above 8%. The use of 5 and 10 wt.% sludge increase the drying shrinkage in 13.6% and 26.5%, respectively, when compared to the reference system (0-SS). This behavior is in line with the higher extrusion water required by the corresponding mixtures. After firing, the reference sample exhibited a slight swelling (~1%) relative to the dried sample. Given the observed high values of open porosity (discussed below) and the comparatively low firing temperature (930 °C), this slight expansion might be no more than a structure relaxation due to the liquid phase that forms during firing, preceding the typical firing shrinkage that accompanies densification due to the liquid phase capillary suction and pore closure. This swelling effect increases with the presence of sludge (1.54% firing swelling for 15-SS). This behavior can be mostly attributed to the burn out of the organic matter present in the sludge (~26 % loss on ignition), which occurs at temperatures close to the firing temperature and that of the formation of liquid phase. The evolved gases are likely to meet a less permeable structure and a slight expansion is generated. The overall effect is a significant total shrinkage during the production of the bricks (drying and firing), with values higher than 11% for the 5-SS mixture and above. Those higher shrinkages in the mixtures 10-SS and 15-SS also give rise to products with higher dimensional scattering. Figure 8B shows the standard deviation for the measurement of the length of a set of 13 bricks, clearly showing the dispersion of measures for the bricks produced with higher contents of sludge (10-SS and 15-SS). Despite all this, the fired bricks produced always showed no cracks or other reasons that might cause reduction of the aesthetic/surface quality of the products (Figure 9).

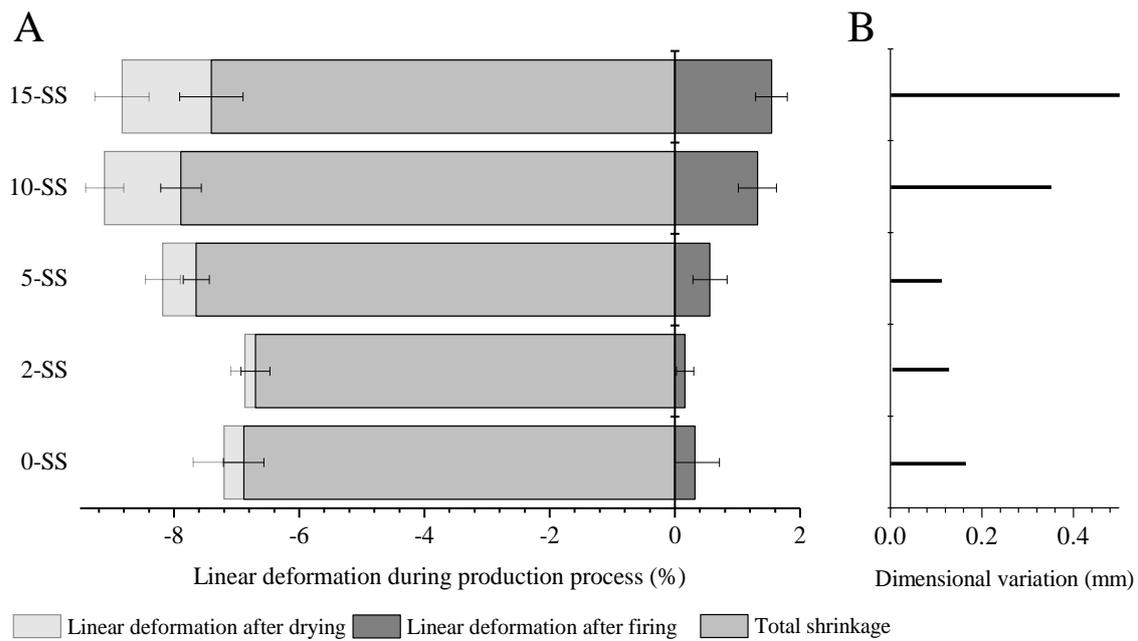


Figure 8. Dimensional assessment of the ceramic brick during the production process. A. Linear deformation after drying and firing; B. Dimensional scattering (standard deviation of measurements) of the ceramic product.

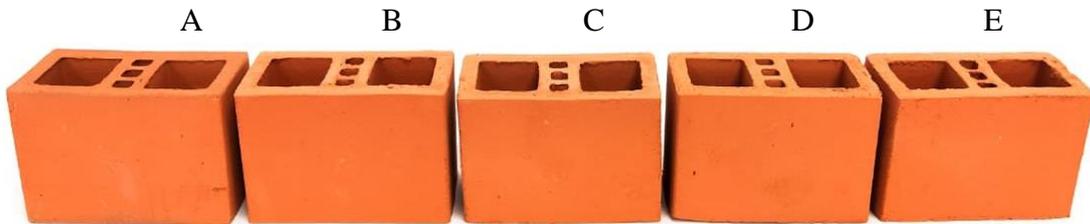


Figure 9. Bricks produced with different sludge contents A. 0-SS; B. 2-SS; C. 5-SS; D. 10-SS; E. 15-SS (see Table 5 for sample ID).

3.4. Characterization of the ceramic product

The average compressive strength of the fired ceramic bricks was found to be 15 ± 2 MPa, regardless of the SS-WWTP content (Figure 10A). Although a slight increase in compressive strength can be observed as the sludge content increases, according to the analysis of variance developed by ANOVA (Table 6), significant differences between the mixtures were not identified. Similarly, in the Weibull distribution analysis the characteristic strength (σ_θ , corresponding to a reference strength value with a probability of failure of 63.2% (ASTM C1239) showed values between 16 and 17 MPa, regardless of the sludge content. The Weibull modulus (m) indicates how rapidly the compressive strength falls as the stress gets closer to the characteristic strength (σ_θ). Low values of m suggest large scattering and less mechanical reliability from a mechanical point of view, and the probability that the ceramic brick will fail at strengths below σ_θ is higher. The presence of sludge did not show a marked effect on the Weibull modulus, which means that the ceramic product reliability is not affected by the inclusion of sludge. This increases the valorization potential of the sludge in the production of red ceramics.

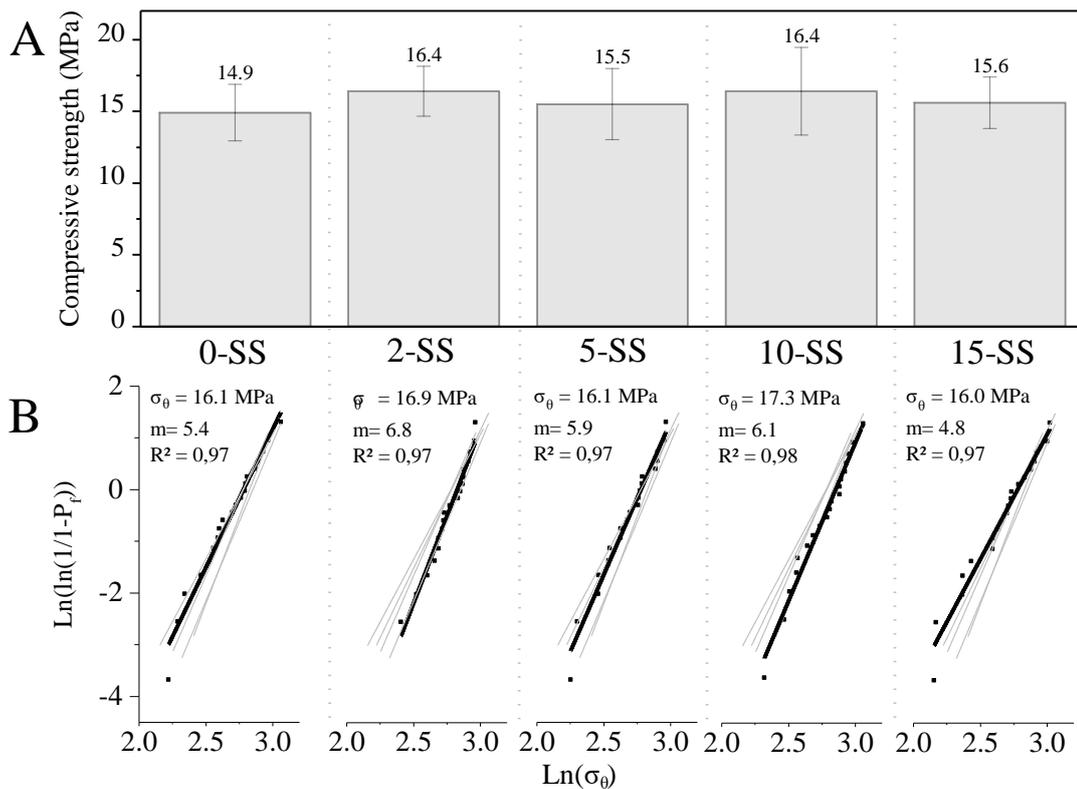


Figure 10. Compressive strength of the bricks. A. Average compressive strength and standard deviation; B. Weibull distribution analysis (m : Weibull modulus; σ_θ : characteristic strength; and R^2 : coefficient of determination).

These results are in agreement with other studies in the literature, which also found that the mechanical properties of ceramics produced with SS-WWTP (up to 2.5 wt.%) were not negatively affected (Areias et al., 2017). The slight increase in the compressive strength at low sludge content (<3 wt.%) was also reported in the literature (Martínez-García et al., 2012). However, other studies (Martínez-García et al., 2012) identified a significant reduction in compressive strength, even with the inclusion of only 1 wt.% of sludge. Such differences in behavior and in the effect of the sludge in the ceramic product is no doubt attributable to the different contents in organic matter, as well as to the physicochemical properties of the sludges considered (Ukwatta et al., 2015). It has been suggested that such adverse effects can be reduced by using higher firing temperatures (Zhou et al., 2013).

The sludge effect can be observed on the water absorption (open porosity) and bulk density values (Table 7). Although the compressive strength remains essentially constant, sludge additions above 5 wt.% significantly increase the water absorption, which, for the mixture with 15 wt.% SS-WWTP, is 70% higher than that of the reference (0-SS). This can be attributed to the thermal decomposition of the organic matter during firing and the corresponding gas evolution, which increases the open porosity. These results are in agreement with other works (Amin et al., 2018; Lynn et al., 2016; Martínez-García et al., 2012; Ukwatta et al., 2015; Wang et al., 2012) and, despite the significant increase in water absorption, the values obtained are all within the limits recommended by international standards (<17%) (ASTM C216-19).

Table 6. Analysis of variance of the compressive strength (ANOVA, significant at p -level=0.05).

Combinations	p -value
0-SS vs 2-SS	0.246
0-SS vs 5-SS	0.963
0-SS vs 10-SS	0.256
0-SS vs 15-SS	0.902
2-SS vs 5-SS	0.753
2-SS vs 10-SS	1.000
2-SS vs 15-SS	0.886
5-SS vs 10-SS	0.750
5-SS vs 15-SS	1.000
10-SS vs 15-SS	0.881

Considering that a higher open porosity could reduce service life as a consequence of frost damage, salt crystallization, or even cracks formation, the use of a higher firing temperature (> 1000 °C) might help improving densification as a result of the presence of a more abundant liquid phase during firing (Amin et al., 2018; Liu et al., 2018; Lynn et al., 2016). A correlation can be seen between the higher density of 2-SS (Table 7) and the Weibull modulus ($m = 6.76$) of the corresponding compressive strength (Figure 10B), which suggests that a higher density contributes to the reliability of the products. Higher firing temperatures will certainly require investigation if other type of products (e.g., ceramic tiles) were to be produced with this waste.

Table 7. Water absorption and bulk density of the ceramic bricks.

Sample ID	Water absorption (%)	Bulk density (kg/m ³)
0-SS	9.55 ± 0.12	1749.43 ± 46.26
2-SS	9.69 ± 0.11	1832.57 ± 17.21
5-SS	12.23 ± 0.16	1694.44 ± 18.40
10-SS	14.93 ± 0.19	1475.75 ± 20.85
15-SS	16.31 ± 0.45	1487.34 ± 41.30

The SS-WWTP used does not represent an environmental risk given that the leachability values (Table 2) are not higher than the limits recommended by the Brazilian standards (NBR-10005). However, the solubilization of Al, Cl, Cu, F⁻, Fe, Mn NO₃⁻, SO₄²⁻, and Zn from the SS-WWTP were higher than the limit values established by the corresponding Brazilian Standard (NBR-10006). Nevertheless, and as expected, the solubilization of these compounds from the fired ceramic products is generally within the limits recommended by that Brazilian Standard (NBR-10006) (Table 8), as the immobilization of metals is promoted by the heat treatment, either in the glass or in the new crystalline phases (Liu et al., 2018). However, when 5 wt.% SS-WWTP is included, the solubilization of Al is higher (~2.5x) than the standard limits (Table 8). Although it is not considered a heavy metal, Al might cause diseases associated with the nervous system. Again, this issue can be controlled by higher firing temperatures.

Table 8. Solubilization of the ceramic brick (in mg/L) with 0 and 5% of sludge.

	0-SS	5-SS	NBR limit value for solubilization
Al	0.564	1.305	0.200
Ar	<0.010	<0.010	0.010
Ba	0.081	0.017	0.700
Cd	<0.005	<0.005	0.005
Pb	<0.010	<0.010	0.010
Cl	1.04	1.56	250.0
Cu	<0.010	<0.010	2.0
Cr	<0.050	<0.050	0.050
Fe	0.344	0.343	0.300
F ⁻	0.47	0.83	1.5
Mn	0.128	0.012	0.100
NO ₃ ⁻	0.583	0.431	10.0
Hg	<0.010	<0.010	0.050
Se	<0.010	<0.010	0.010
Na	2.096	3.137	200.0
SO ₄ ²⁻	45.39	49.71	250.0
Zn	<0.010	<0.010	5.0
Surfactant	0.006	0.014	0.50

4. Conclusions

The results obtained in this work show that the valorization of a sewage sludge from wastewater treatment plants (SS-WWTP) as a raw material in the production of red ceramic bricks by extrusion is highly feasible. The sewage sludge does not present environmental risk in terms of the leachability of heavy metals.

Sludge addition to the clay blend (up to 15 wt.%) reduces its plasticity and a slightly higher water demand was observed. Dynamic torsional oscillatory (amplitude sweep) tests were found to be a useful tool to identify the optimal moisture range for the extrudability of the mixtures. Based on these moisture adjustments, high quality miniature bricks (1:5 reduction scale) were produced with no surface or volumetric defects, regardless of the sludge content. Although the added sludge increases the total linear shrinkage (after drying and firing), the values obtained are within the limits recommended by standards. Water absorption of the fired product was also affected by the presence of sludge and values below 17% were identified for all systems assessed. Despite the increase in water absorption, the mechanical performance of the bricks showed no significant differences. Therefore, given the huge capacity and raw materials consumption of the ceramic industry, the results obtained in this work strengthen the valorization potential of this sewage sludge as an alternative raw material in the production of clay-based bricks, while ameliorating the environmental impact of the sludge disposal as waste in sanitary landfills.

Acknowledgements

Authors are grateful for the financial support from São Gabriel Saneamento S.A. (SWE 203750/2017-9) and Pauluzzi Cerâmicas Santa Maria Ltda. Grants from CAPES (T. Zat and

M. Bandeira), FAPERGS (N. Sattler) and the Brazilian National Council for Scientific and Technological Development (CNPq) (E.D. Rodríguez, research fellowship PQ 309885/2020-5) are gratefully acknowledged. The authors also wish to thank the Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Fundação de Apoio na Tecnologia e Ciência (FATEC), Laboratory of Magnetism and Magnetic Materials (at UFSM), Grupo de Estudos e Pesquisas em Pavimentação e Segurança Viária (GEPASV), Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMCC), Ceramic Materials Institute at the Universidade de Caxias do Sul and the Laboratório de Inovação em Cimentos Ecoeficientes (LINCE at UFRGS).

References

- Alleman, J.E., Berman, N.A., 1984. Constructive sludge management: Biobrick. *J. Environ. Eng. (United States)* 110, 301–311. doi:10.1061/(ASCE)0733-9372(1984)110:2(301)
- Amin, S.K., Abdel Hamid, E.M., El-Sherbiny, S.A., Sibak, H.A., Abadir, M.F., 2018. The use of sewage sludge in the production of ceramic floor tiles. *HBRC J.* 14, 309–315. doi:10.1016/j.hbrj.2017.02.002
- Anderson, M., Skerratt, R.G., 2003. Variability study of incinerated sewage sludge ash in relation to future use in ceramic brick manufacture. *Br. Ceram. Trans.* 102, 109–113. doi:10.1179/096797803225001614
- Andrade, F.A., Al-Qureshi, H.A., Hotza, D., 2011. Measuring the plasticity of clays: A review. *Appl. Clay Sci.* 51, 1–7. doi:10.1016/j.clay.2010.10.028
- Areias, I.O.R., Vieira, C.M.F., Manhães, R. da S.T., Intorne, A.C., 2017. Incorporação de lodo da estação de tratamento de esgoto (ETE) em cerâmica vermelha. *Cerâmica* 63, 343–349. doi:10.1590/0366-69132017633672004
- Baruzzo, D., Minichelli, D., Bruckner, S., Fedrizzi, L., Bachiorrini, A., Maschio, S., 2006. Possible production of ceramic tiles from marine dredging spoils alone and mixed with other waste materials. *J. Hazard. Mater.* 134, 202–210. doi:10.1016/j.jhazmat.2005.10.053
- Chang, Z., Long, G., Zhou, J.L., Ma, C., 2020. Valorization of sewage sludge in the fabrication of construction and building materials: A review. *Resour. Conserv. Recycl.* 154, 104606. doi:10.1016/j.resconrec.2019.104606
- Cremades, L. V., Soriano, C., Cusidó, J.A., 2018. Tackling environmental issues in industrial ceramic sintering of sewage sludge: odors and gas emissions. *Environ. Dev. Sustain.* 20, 1651–1663. doi:10.1007/s10668-017-9958-0
- Cusidó, J.A., Cremades, L. V., 2012. Environmental effects of using clay bricks produced with sewage sludge: leachability and toxicity studies. *Waste Manag.* 32, 1202–1208. doi:10.1016/j.wasman.2011.12.024
- Cusidó, J.A., Cremades, L. V., González, M., 2003. Gaseous emissions from ceramics manufactured with urban sewage sludge during firing processes. *Waste Manag.* 23, 273–280. doi:10.1016/S0956-053X(02)00060-0
- Cusidó, J.A., Soriano, C., 2011. Valorization of pellets from municipal WWTP sludge in lightweight clay ceramics. *Waste Manag.* 31, 1372–1380. doi:10.1016/j.wasman.2011.02.003
- Deng-Fong, L., Chih-Huang, W., 2001. Use of sewage sludge ash as brick material. *J. Environ. Eng.* 127, 922–927.
- Devant, M., Cusidó, J.A., Soriano, C., 2011. Custom formulation of red ceramics with clay, sewage sludge and forest waste. *Appl. Clay Sci.* 53, 669–675. doi:10.1016/j.clay.2011.06.002

- Földvári, M., 2011. Handbook of Thermogravimetric System of Minerals and Its Use in Geological Practice.
- Guangyin, Zhen; Youcai, Z., 2017. Pollution Control and Resource Recovery: Sewage Sludge, Pollution Control and Resource Recovery. Elsevier, Cambridge. doi:10.1016/b978-0-12-811867-2.00005-4
- Hamood, A., Khatib, J.M., Williams, C., 2017. The effectiveness of using Raw Sewage Sludge (RSS) as a water replacement in cement mortar mixes containing Unprocessed Fly Ash (u-FA). *Constr. Build. Mater.* 147, 27–34. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.04.159
- Jordán, M.M., Almendro-Candel, M.B., Romero, M., Rincón, J.M., 2005. Application of sewage sludge in the manufacturing of ceramic tile bodies. *Appl. Clay Sci.* 30, 219–224. doi:10.1016/j.clay.2005.05.001
- Karayildirim, T., Yanik, J., Yuksel, M., Bockhorn, H., 2006. Characterisation of products from pyrolysis of waste sludges. *Fuel* 85, 1498–1508. doi:10.1016/j.fuel.2005.12.002
- Kor-Bicakci, G., Eskicioglu, C., 2019. Recent developments on thermal municipal sludge pretreatment technologies for enhanced anaerobic digestion. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 110, 423–443. doi:10.1016/j.rser.2019.05.002
- Leblanc, R.J., Matthews, P., Richard, R.P., Leblan, R.J., Matthews, P., Richard, R.P., 2008. Global atlas of excreta, wastewater sludge, and biosolids management, Proceedings of IWA Conference—Moving forward Wastewater biosolids sustainability technical managerial and public synergy June.
- Liew, A.G., Idris, A., Wong, C.H.K., Samad, A.A., Noor, M.J.M.M., Baki, A.M., 2004. Incorporation of sewage sludge in clay brick and its characterization. *Waste Manag. Res.* 22, 226–233. doi:10.1177/0734242X04044989
- Liu, M., Wang, C., Bai, Y., Xu, G., 2018. Effects of sintering temperature on the characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. *J. Alloys Compd.* 748, 522–527. doi:10.1016/j.jallcom.2018.03.216
- Lynn, C.J., Dhir, R.K., Ghataora, G.S., 2016. Sewage sludge ash characteristics and potential for use in bricks, tiles and glass ceramics. *Water Sci. Technol.* 74, 17–29. doi:10.2166/wst.2016.040
- Martínez-García, C., Eliche-Quesada, D., Pérez-Villarejo, L., Iglesias-Godino, F.J., Corpas-Iglesias, F.A., 2012. Sludge valorization from wastewater treatment plant to its application on the ceramic industry. *J. Environ. Manage.* 95, S343–S348. doi:10.1016/j.jenvman.2011.06.016
- Mezger, T.G., 2014. The Rheology Handbook, 4th Editio. ed. Vicentz Network, Hanover, Germany.
- Mininni, G., Blanch, A.R., Lucena, F., Berselli, S., 2015. EU policy on sewage sludge utilization and perspectives on new approaches of sludge management. *Environ. Sci. Pollut. Res.* 22, 7361–7374. doi:10.1007/s11356-014-3132-0
- Monteiro, S.N., Alexandre, J., Margem, J.I., Sánchez, R., Vieira, C.M.F., 2008. Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. *Constr. Build. Mater.* 22, 1281–1287. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.01.013
- Montero, M.A., Jordán, M.M., Hernández-Crespo, M.S., Sanfeliu, T., 2009. The use of sewage sludge and marble residues in the manufacture of ceramic tile bodies. *Appl. Clay Sci.* 46, 404–408. doi:10.1016/j.clay.2009.10.013
- O’Kelly, B.C., Vardanega, P.J., Haigh, S.K., 2018. Use of fall cones to determine Atterberg limits: A review. *Geotechnique* 68, 843–856. doi:10.1680/jgeot.17.R.039
- Okuno, N., Takahashi, S., 1997. Full scale application of manufacturing bricks from sewage. *Water Sci. Technol.* 36, 243–250. doi:10.1016/S0273-1223(97)00686-0

- Panepinto, D., Fiore, S., Genon, G., Acri, M., 2016. Thermal valorization of sewer sludge: Perspectives for large wastewater treatment plants. *J. Clean. Prod.* 137, 1323–1329. doi:10.1016/j.jclepro.2016.08.014
- Pedroza, M., Vieira, G., Sousa, J., Pickler, A., Leal, E., Milhomen, C., 2010. Produção e tratamento de lodo de esgoto—uma revisão. *Rev. Lib.* 11, 89–188.
- Schiavo, L.S.A., Mantas, P.Q., Segadães, A.M., Cruz, R.C.D., 2018. From dry pressing to plastic forming of ceramics: Assessing the workability window. *Constr. Build. Mater.* 189, 594–600. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.09.015
- Shi, S., Xu, G., Yu, H., Zhang, Z., 2018. Strategies of valorization of sludge from wastewater treatment. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 93, 936–944. doi:10.1002/jctb.5548
- Slim, J.A., Wakefield, R.W., 1991. Utilisation of sewage sludge in the manufacture of clay bricks. *Water SA* 17, 197–202.
- Taki, K., Gahlot, R., Kumar, M., 2020. Utilization of fly ash amended sewage sludge as brick for sustainable building material with special emphasis on dimensional effect. *J. Clean. Prod.* 275, 123942. doi:10.1016/j.jclepro.2020.123942
- Tay, J.H., 1987. Bricks manufactured from sludge. *J. Environ. Eng. (United States)* 113, 278–284. doi:10.1061/(ASCE)0733-9372(1987)113:2(278)
- Tuan, B.L.A., Hwang, C.L., Lin, K.L., Chen, Y.Y., Young, M.P., 2013. Development of lightweight aggregate from sewage sludge and waste glass powder for concrete. *Constr. Build. Mater.* 47, 334–339. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.039
- Ukwatta, A., Mohajerani, A., Setunge, S., Eshtiaghi, N., 2015. Possible use of biosolids in fired-clay bricks. *Constr. Build. Mater.* 91, 86–93. doi:https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.05.033
- United_Nations_(UN)/Organização_das_Nações_Unidas_(ONU), 2019. World population prospects 2019, Futuribles (Paris, France : 1981). New York.
- Urban, R.C., Isaac, R.D.L., 2018. WTP and WWTP sludge management : a case study in the metropolitan area of Campinas , southeastern Brazil.
- Valderrama, C., Granados, R., Cortina, J.L., Gasol, C.M., Guillem, M., Josa, A., 2013. Comparative LCA of sewage sludge valorisation as both fuel and raw material substitute in clinker production. *J. Clean. Prod.* 51, 205–213. doi:https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.01.026
- Vlasova, M., Parra Parra, A., Márquez Aguilar, P.A., Trujillo Estrada, A., González Molina, V., Kakazey, M., Tomila, T., Gómez-Vidales, V., 2018. Closed cycle of recycling of waste activated sludge. *Waste Manag.* 71, 320–333. doi:10.1016/j.wasman.2017.10.051
- Wang, H.B., Lin, Z.Z., He, Z.Y., 2012. A new brick prepared from municipal sewage sludge and shale. *Adv. Mater. Res.* 374–377, 18–23. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.374-377.18
- Weng, C.H., Lin, D.F., Chiang, P.C., 2003. Utilization of sludge as brick materials. *Adv. Environ. Res.* 7, 679–685. doi:10.1016/S1093-0191(02)00037-0
- Wiebusch, B., Seyfried, C.F., 1997. Utilization of sewage sludge ashes in the brick and tile industry. *Water Sci. Technol.* 36, 251–258. doi:10.1016/S0273-1223(97)00688-4
- Zhang, Q., Hu, J., Lee, D.J., Chang, Y., Lee, Y.J., 2017. Sludge treatment: current research trends. *Bioresour. Technol.* 243, 1159–1172. doi:10.1016/j.biortech.2017.07.070
- Zhang, Y.M., Jia, L.T., Mei, H., Cui, Q., Zhang, P.G., Sun, Z.M., 2016. Fabrication, microstructure and properties of bricks fired from lake sediment, cinder and sewage sludge. *Constr. Build. Mater.* 121, 154–160. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.05.155
- Zhou, J., Li, T., Zhang, Q., Wang, Y., Shu, Z., 2013. Direct-utilization of sewage sludge to prepare split tiles. *Ceram. Int.* 39, 9179–9186. doi:10.1016/j.ceramint.2013.05.019

5 CONCLUSÕES

Viabilizar a utilização do lodo de esgoto como matéria prima da indústria da cerâmica pode se tornar uma alternativa com impacto social, econômico e ambiental, permitindo que haja opções mais benéficas do que a sua destinação aos aterros sanitários.

Os resultados obtidos neste estudo demonstram a viabilidade técnica de utilização do lodo de esgoto na produção de blocos cerâmicos através de extrusão, desde que o ajuste da umidade da mistura de acordo com o percentual de lodo seja realizado, já que a substituição de argila pelo lodo de esgoto altera levemente o comportamento da mistura frente ao processo de produção. A análise do comportamento reológico das misturas argila/lodo mostra que as mesmas tendem a possuir um comportamento com maior predominância da fase elástica em relação à viscosa, demandando que maiores deformações sejam aplicadas para que a fase viscosa seja alcançada. Esse resultado é refletido no processo de produção na necessidade de aumento da umidade das misturas em ~20%, quando comparamos as substituições de 0% a 15% de lodo.

Foi possível observar que as medidas indiretas de plasticidade obtidas através dos limites de Atterberg pelo método de Casagrande e pelo método do cone de queda não foram precisas o suficiente para quantificar a alteração provocada pela adição do lodo de esgoto nas misturas. Em contrapartida, os resultados obtidos no teste de varredura de amplitude funcionaram como uma ferramenta para prever as alterações de umidade a partir de uma região de extrusão ótima definida a partir da mistura de referência. A validação desta metodologia se deu a partir do teste de extrusão executado onde foram produzidos blocos de alta qualidade independentemente do percentual de lodo utilizado.

O lodo de esgoto avaliado não mostra riscos ambientais levando em consideração a lixiviação de metais pesados. No entanto, a adição do lodo de esgoto levou ao aumento da retração linear total e a absorção de água apresentada em todos os percentuais de adição. Esse efeito pode ser atribuído a grande quantidade de matéria orgânica presente no resíduo e ao aumento da quantidade de água utilizada na extrusão. Mesmo com a variação, os valores ainda estão dentro dos limites estabelecidos pelas normativas vigentes. A resistência mecânica dos blocos produzidos não sofreu alterações significativas até o percentual de 15%, sugerindo que a geometria utilizada para produção dos mesmos tem maior influência nessa propriedade do que o efeito causado pela adição do lodo de esgoto.

Por fim, os resultados apresentados confirmam o potencial técnico de utilização do lodo de esgoto para produção de blocos cerâmicos, onde a utilização de baixos teores (< 5%) de substituição é considerada ideal no sentido de não afetar consideravelmente a qualidade do material produzido, sendo, portanto, altamente viável considerando a capacidade de absorção desse resíduo por parte da indústria cerâmica.

5.1 SUGESTÕES DE PESQUISAS FUTURAS

Durante o desenvolvimento deste estudo, percebeu-se algumas lacunas que podem ser preenchidas de melhor forma, como por exemplo, realizar testes variando a origem do lodo de esgoto, já que a composição do mesmo é extremamente dependente da forma como é gerado. Além disso, desenvolver análises em geometrias variadas, que permitam analisar a influência do lodo na resistência a compressão sem influências externas, realizar análises ambientais mais rigorosas, bem como a análise microestrutural das cerâmicas produzidas. Dentre os resultados levemente negativos obtidos nesta pesquisa, é possível que possam ser contornados, por exemplo, com o uso de temperaturas mais altas de queima, sendo assim, o estudo mais detalhado dos processos de secagem e queima também teriam grande relevância e contribuição para a utilização do lodo de esgoto na indústria cerâmica.

REFERÊNCIAS

- ANDRADE, F. A.; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D. Measuring the plasticity of clays: A review *Applied Clay Science*, jan. 2011.
- ANDREOLA, F. et al. Recycling of industrial wastes in ceramic manufacturing: State of art and glass case studies. *Ceramics International*, v. 42, n. 12, p. 13333–13338, 2016.
- AREIAS, I. O. R. et al. Incorporação de lodo da estação de tratamento de esgoto (ETE) em cerâmica vermelha. *Cerâmica*, v. 63, n. 367, p. 343–349, 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 6502: Rochas e solos. Rio de Janeiro. 1995.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR 10004 Resíduos sólidos - Classificação Associação Brasileira de Normas Técnicas. Rio de Janeiro. 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 7180: Solo - Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro. 2016.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 6459: Solo - Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 15270-2: Componentes Cerâmicos - Blocos e tijolos para alvenaria Parte 2: Métodos de ensaios. Rio de Janeiro. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica. Rio de Janeiro. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 10006: Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro. 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR-10005: Procedimento para obtenção de lixiviado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro. 2004.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM D4065 - Standard Practice for Plastics : Dynamic Mechanical Properties : Determination and Report of Procedures. *Annual Book of ASTM Standards*, v. i, p. 1–7, 2012.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM C373-17: Standard Test Methods for Determination of Water Absorption and Associated Properties by Vacuum Method for Pressed Ceramic Tiles and Glass Tiles and Boil Method for Extruded Ceramic Tiles and Non-tile Fired Ceramic Whiteware Products. *ASTM International*, p. 5, 2016.
- BARSOUM, M. W. *Fundamentals of ceramics*. Bodmin: Institute of Physics Publishing, 2002.
- BATISTÃO, A. C. et al. Resilience and microstructural resistance of Archaeological Dark Earths with different soil organic carbon contents in Western Amazonia, Brazil. *Geoderma*, v.

363, n. December 2019, p. 114130, 2020.

BRASIL. Política Nacional de Resíduos Sólidos.

BRASIL. Sistema Nacional de Informações: Diagnóstico de Serviços de Água e Esgoto. p. 226, 2017.

BROSNAN, DENIS A.; ROBINSON, GI. C. Introduction to Drying of Ceramics. Westerville: The American Ceramic Society, 2003.

CARTER, C. BARRY; NORTON, M. G. Ceramic Materials Science and Engineering. Second Edition. London: Springer, 2013.

COTA, T. G. et al. Incorporation of waste from ferromanganese alloy manufacture and soapstone powder in red ceramic production. *Applied Clay Science*, v. 161, n. October 2017, p. 274–281, 2018.

CUSIDÓ, J. A.; CREMADES, L. V. Environmental effects of using clay bricks produced with sewage sludge: Leachability and toxicity studies. *Waste Management*, v. 32, n. 6, p. 1202–1208, 2012.

CUSIDÓ, J. A.; SORIANO, C. Valorization of pellets from municipal WWTP sludge in lightweight clay ceramics. *Waste Management*, v. 31, n. 6, p. 1372–1380, 2011.

DA SILVA, F. L. et al. Study of the recovery and recycling of tailings from the concentration of iron ore for the production of ceramic. *Ceramics International*, v. 40, n. PB, p. 16085–16089, 2014.

DE OLIVEIRA MODESTO, C.; BERNARDIN, A. M. Determination of clay plasticity: Indentation method versus Pfefferkorn method. *Applied Clay Science*, v. 40, n. 1–4, p. 15–19, 2008.

DEVANT, M.; CUSIDÓ, J. A.; SORIANO, C. Custom formulation of red ceramics with clay, sewage sludge and forest waste. *Applied Clay Science*, v. 53, n. 4, p. 669–675, 2011.

EPSTEIN, E. Characteristics of Sewage Sludge and Biosolids. In: *Land Application of Sewage Sludge and Biosolids*. [s.l.] Lewis Publishers, 2003. p. 13–27.

GUANGYIN, ZHEN; YOUCAI, Z. *Pollution Control and Resource Recovery: Sewage Sludge*. Cambridge: Elsevier, 2017.

HAMOOD, A.; KHATIB, J. M.; WILLIAMS, C. The effectiveness of using Raw Sewage Sludge (RSS) as a water replacement in cement mortar mixes containing Unprocessed Fly Ash (u-FA). *Construction and Building Materials*, v. 147, p. 27–34, 2017.

HANDLE, F. (ED.). *Extrusion in Ceramics*. New York: Springer, 2007.

HOLTHUSEN, D. et al. Controlled vertical stress in a modified amplitude sweep test (rheometry) for the determination of soil microstructure stability under transient stresses. *Geoderma*, v. 295, p. 129–141, 2017.

HOLTHUSEN, D.; BATISTÃO, A. C.; REICHERT, J. M. Amplitude sweep tests to

comprehensively characterize soil micromechanics: brittle and elastic interparticle bonds and their interference with major soil aggregation factors organic matter and water content. *Rheologica Acta*, v. 59, n. 8, p. 545–563, 2020.

JORDÁN, M. M. et al. Application of sewage sludge in the manufacturing of ceramic tile bodies. *Applied Clay Science*, v. 30, n. 3–4, p. 219–224, 2005.

KARAYANNIS, V. G. Development of extruded and fired bricks with steel industry byproduct towards circular economy. *Journal of Building Engineering*, v. 7, p. 382–387, 2016.

KARAYILDIRIM, T. et al. Characterisation of products from pyrolysis of waste sludges. *Fuel*, v. 85, n. 10–11, p. 1498–1508, 2006.

KHIARI, B. et al. Analytical study of the pyrolysis process in a wastewater treatment pilot station. *Desalination*, v. 167, n. 1–3, p. 39–47, 2004.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. *Introduction to Ceramics*. [s.l: s.n.].

LEBLANC, R. J. et al. *Global atlas of excreta, wastewater sludge, and biosolids management*.

LIEW, A. G. et al. Incorporation of sewage sludge in clay brick and its characterization. *Waste Management and Research*, v. 22, n. 4, p. 226–233, 2004.

LIN, Y. et al. Utilization of municipal sewage sludge as additives for the production of eco-cement. *Journal of Hazardous Materials*, v. 213–214, p. 457–465, 2012.

LINDNER, G. *Uso de modelo reduzido para pesquisa e desenvolvimento de blocos cerâmicos estruturais*. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina UFSC, 2001.

MARTÍNEZ-GARCÍA, C. et al. Sludge valorization from wastewater treatment plant to its application on the ceramic industry. *Journal of Environmental Management*, v. 95, n. SUPPL., p. S343–S348, 2012.

MEZGER, T. G. *The Rheology Handbook*. 4th Editio ed. Hanover, Germany: Vicentz Network, 2014.

MININNI, G. et al. EU policy on sewage sludge utilization and perspectives on new approaches of sludge management. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 22, n. 10, p. 7361–7374, 2015.

MONTEIRO, S. N. et al. Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. *Construction and Building Materials*, v. 22, n. 6, p. 1281–1287, 2008.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. *Transformando Nosso Mundo: A Agenda 2030 para o Desenvolvimento Sustentável*. New York: [s.n.]. Disponível em: <http://www.un.org/ga/search/view_doc.asp?symbol=A/RES/70/1&Lang=E>.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. *World population prospects 2019*. New York.

PEDROZA, M. et al. Produção e tratamento de lodo de esgoto—uma revisão. *Revista Liberato*, v. 11, n. 16, p. 89–188, 2010.

PÉREZ-VILLAREJO, L. et al. Valorization and inertization of galvanic sludge waste in clay bricks. *Applied Clay Science*, v. 105–106, p. 89–99, 2015.

PÉRTILE, P. et al. Microstructural strength of four subtropical soils evaluated by rheometry: Properties, difficulties and opportunities. *Scientia Agricola*, v. 75, n. 2, p. 154–162, 2017.

SALTEVSKAYA, L. M.; LEBED, K. V. Porosity of ceramic bodies. *Glass and Ceramics*, v. 38, n. 8, p. 22–23, 1982.

SCHIAVO, L. S. A. et al. From dry pressing to plastic forming of ceramics: Assessing the workability window. *Construction and Building Materials*, v. 189, p. 594–600, 2018.

SHACKELFORD, JAMES F.; DOREMUS, R. H. (ED.). *Ceramic and Glass Materials*. New York: Springer, 2008.

SHI, S. et al. Strategies of valorization of sludge from wastewater treatment. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, v. 93, n. 4, p. 936–944, 2018.

SILVA, W. J. DA. Análise experimental e numérica da distribuição das ações verticais entre paredes de alvenaria estrutural com a utilização de modelo físico reduzido na escala 1:5.

SIMONETTI MILANI, A. et al. Experimental investigation of small-scale clay blocks masonry walls with chases under compression. *Construction and Building Materials*, v. 273, p. 121539, 2021.

SPELLMAN, F. R. *Handbook of Water and Wastewater Treatment Plant Operations*. Third ed. Boca Raton: CRC Press, 2013.

SUCHORAB, Z. et al. Mechanical and physical properties of hydrophobized lightweight aggregate concrete with sewage sludge. *Materials*, v. 9, n. 5, 2016.

ŚWIERCZEK, L.; CIEŚLIK, B. M.; KONIECZKA, P. The potential of raw sewage sludge in construction industry – A review. *Journal of Cleaner Production*, v. 200, p. 342–356, 2018.

TARRAGO, M. et al. Valorization of sludge from a wastewater treatment plant by glass-ceramic production. *Ceramics International*, v. 43, n. 1, p. 930–937, 2017.

TAY, J. H. Bricks manufactured from sludge. *Journal of Environmental Engineering (United States)*, v. 113, n. 2, p. 278–284, 1987.

TAY, J. H.; SHOW, K. Y. Utilization of municipal wastewater sludge as building and construction materials. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 6, n. 3, p. 191–204, 1992.

TYTŁA, M. Assessment of Heavy Metal Pollution and Potential Ecological Risk in Sewage Sludge from Municipal Wastewater Treatment Plant Located in the Most Industrialized Region in Poland — Case Study. *Environmental Research and Public Health Article*, p. 1–16, 2019.

UKWATTA, A. et al. Variation in physical and mechanical properties of fired-clay bricks incorporating ETP biosolids. *Journal of Cleaner Production*, v. 119, p. 76–85, 2015.

URBAN, R. C.; ISAAC, R. DE L. WTP and WWTP sludge management: a case study in the

metropolitan area of Campinas, southeastern Brazil. *Environmental Monitoring and Assessment*, v. 190, n. 10, 2018.

XU, G. R.; ZOU, J. L.; LI, G. B. Effect of sintering temperature on the characteristics of sludge ceramsite. *Journal of Hazardous Materials*, v. 150, n. 2, p. 394–400, 2008.

ZHANG, G. Environmental and Social-economic Impacts of Sewage Sludge Treatment The Evidence of Beijing.

ZHANG, Y. M. et al. Fabrication, microstructure and properties of bricks fired from lake sediment, cinder and sewage sludge. *Construction and Building Materials*, v. 121, p. 154–160, 2016.