



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE MARABÁ  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**VIVIANE DO SOCORRO DA COSTA**

**UTILIZAÇÃO DA LAMA VERMELHA COMO MATÉRIA PRIMA  
PARA FABRICAÇÃO DE CERÂMICA DE REVESTIMENTO**

**MARABÁ**

**2013**

VIVIANE DO SOCORRO DA COSTA

UTILIZAÇÃO DA LAMA VERMELHA COMO MATÉRIA PRIMA  
PARA FABRICAÇÃO DE CERÂMICA DE REVESTIMENTO

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado à Faculdade de  
Engenharia de Materiais da  
Universidade Federal do Pará – UFPA,  
em cumprimento às exigências para  
obtenção do grau de Bacharel em  
Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof.Dr. Elias Fagury Neto

Marabá

2013

**Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)**  
**Biblioteca II da UFPA. CAMAR, Marabá, PA**

---

Costa, Viviane do Socorro da

Utilização da lama vermelha como matéria prima para fabricação de cerâmica de revestimento / Viviane do Socorro da Costa ; orientador, Elias Fagury Neto. — 2013.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Marabá, Faculdade de Engenharia de Materiais, Marabá, 2013.

1. Resíduos como material de construção. 2. Materiais de construção - Reaproveitamento. 3. Material cerâmico. 4. Revestimento em cerâmica. I. Fagury Neto, Elias, orient. II. Título.

---

CDD: 22. ed.: 363.728

VIVIANE DO SOCORRO DA COSTA

UTILIZAÇÃO DA LAMA VERMELHA COMO MATÉRIA PRIMA  
PARA FABRICAÇÃO DE CERÂMICA DE REVESTIMENTO

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado à Faculdade de  
Engenharia de Materiais da  
Universidade Federal do Pará – UFPA,  
em cumprimento às exigências para  
obtenção do grau de Bacharel em  
Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof.Dr. Elias Fagury Neto

Data de aprovação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Conceito: \_\_\_\_\_

Bancada Examinadora:

---

Prof.Dr.Elias Fagury Neto – Orientador  
Faculdade de Engenharia de Materiais - UFPA

---

Prof. Dr. Adriano Alves Rabelo - Membro  
Faculdade de Engenharia de Materiais - UFPA

---

Prof. Esp. Márcio Paulo de Araújo Mafra – Membro  
Faculdade de Engenharia de Materiais - UFPA

A toda minha Família que se dedicou intensamente  
Para que tudo isso se tornasse realidade,  
Em especial a minha mãe Margarida  
Que tanto amo.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao meu Deus de infinitas graças, que com sua misericórdia e compaixão ilimitadas me concedeu a graça de ter uma família maravilhosa e amigos sensacionais que além de me oferecerem oportunidades me deram forças para superar todos os obstáculos ao longo de toda minha vida, em especial no período desses quase seis anos de caminhada acadêmica.

Aos meus pais Francisco Abreu da Costa e Margarida Machado da Costa que sempre confiaram em mim e me apoiaram sempre em tudo que fiz em toda minha vida.

A cada um dos meus irmãos que estiveram comigo em todos os momentos e viram em mim que dificuldades do dia-a-dia não é obstáculo e sim oportunidade de seguir em frente sem pensar no dia de amanhã

Ao meu Orientador Prof. Elias Fagury Neto que desde o início me apoiou dando-me oportunidade de trabalho como iniciação científica assim enriquecendo meu conhecimento na área de cerâmica.

Aos Professores da faculdade de Engenharia de Materiais que com suas dedicações e competências transmitiram conhecimentos e experiências no decorrer do curso.

As minhas amigas que levarei por toda minha vida Márcia Lopes, Paula Sanz, Mara Cristina que nos momentos de dificuldade estavam ao meu lado dando força para continuar.

A turma Femat – 2008 em especial a Bruna Soares, o Leo Cristiano, o Adilton Rocha pelo companheirismo e amizade nesta jornada árdua.

## RESUMO

Neste trabalho, estudou-se a influência de adições de teores de lama vermelha em concentrações variando entre 20-40% em massa, nas propriedades tecnológicas de materiais cerâmicos de revestimento conformados por prensagem uniaxial mediante a mistura de lama vermelha, argila, caulim, feldspato, microssilica e filito. Os corpos de prova obtidos foram tratados termicamente no intervalo de temperatura de 1050 °C – 1200° C, com patamares de queima de 15 e 20 minutos, com objetivo de se determinar as suas propriedades cerâmicas: tensão de ruptura a flexão, absorção de água, retração linear após secagem e queima, e porosidade aparente. Os resultados mostraram que os materiais obtidos apresentaram excelentes propriedades e que a lama vermelha pode ser usada na produção de materiais cerâmicos de revestimento.

**Palavras-chave:** lama vermelha, cerâmica, revestimento, propriedades tecnológicas.

## **ABSTRACT**

In this study, the influence of the addition of red mud in ceramic masses to produce ceramic tiles was evaluated. Formulations with 20 to 40% in mass content of red mud was developed in association with other raw materials such as clays, kaolin, microsilica, feldspar and phyllite. Test specimens were conformed by pressing and sintered in the range of 1050 °C to 1200 °C, for 15 and 20 min of soaking time, aiming to determine their technological properties: bending strength, water absorption, apparent porosity and linear shrinkage of drying and firing. Results showed that the ceramics obtained by the formulations proposed possessed unique properties, attesting that red mud can be used as alternative raw material to produce ceramic tiles.

**Keywords:** Red mud, ceramic, tiles, technological properties.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1 –	Depósito de argila em indústria local.....	19
FIGURA 2 –	Caulim em estado bruto.....	20
FIGURA 3 –	Feldspato processado.....	21
FIGURA 4 –	Filito avermelhado.....	22
FIGURA 5 –	Microsílica processada.....	23
FIGURA 6 –	Fluxograma e esquema do processo Bayer.....	24
FIGURA 7 –	Lagoa de disposição de lama vermelha da Alunorte. S A.....	25
FIGURA 8 –	Fluxograma do procedimento experimental.....	26
FIGURA 9 –	Esquema de ensaio de flexão em três pontos.....	36
FIGURA 10 –	Difração de raios-X.....	39
FIGURA 11 –	Difração de Raios-X da lama vermelha.....	40
FIGURA 12 –	MEV e EDS da FV com altas concentrações de ferro.....	41
FIGURA 13 –	MEV e EDS da FV altas concentrações de silício e potássio.....	41
FIGURA 14 –	MEV e EDS da FVI com concentração de ferro com titânio.....	42
FIGURA 15 –	MEV e EDS da FVI com alta concentração de poros e potássio.....	42
FIGURA 16 –	Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização...43	
FIGURA 17 –	Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização...44	
FIGURA 18 –	Absorção de água em função da temperatura de sinterização.....45	
FIGURA 19 –	Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.....46	
FIGURA 20 –	Diagrama de gresificação da formulação I.....47	
FIGURA 21 –	Diagrama de gresificação da formulação II.....47	
FIGURA 22 –	Diagrama de gresificação da formulação III.....48	
FIGURA 23 –	Diagrama de gresificação da formulação IV.....48	
FIGURA 24 –	Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização...50	
FIGURA 25 –	Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização...51	
FIGURA 26 –	Absorção de água em função da temperatura de sinterização.....51	
FIGURA 27 –	Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.....52	
FIGURA 28 –	Diagrama de gresificação da formulação V com 20 min. de queima...53	
FIGURA 29 –	Diagrama de gresificação da formulação VI com 20 min. de queima...53	

FIGURA 30 –	Módulo de ruptura á flexão.....	54
FIGURA 31 –	Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização...	55
FIGURA32 –	Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização...	56
FIGURA 33 –	Absorção de água em função da temperatura de sinterização.....	56
FIGURA 34 –	Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.....	57
FIGURA 35 –	Diagrama de gresificação da formulação V com 15 min. de queima....	58
FIGURA 36 –	Diagrama de gresificação da formulação VI com 15 min. de queima...	58
FIGURA 37 –	Módulo de ruptura á flexão.....	58

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1 –	Classificação dos produtos pela absorção de água segundo a norma ASTM/ANSI a.137.1.....	17
TABELA 2 –	Classificação dos produtos pelos grupos de absorção de água segundo a norma IS 10545.....	17
TABELA 3 –	Formulações propostas.....	32
TABELA 4 –	Análise química semi-quantitativa das materias-primas(%).....	38
TABELA 5 –	Resultados de módulo de ruptura à flexão (MRF) das amostras sinterizadas.....	49

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AA	Absorção de água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnica
AISI	American Iron and Steel Institute
Al	Alumínio
ASTM	American Society for Testing and Materials
ANFACER	Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica
BIIa	Grupo de absorção de água de 0,5 a 3,0
BIIb	Grupo de absorção de água de 3,0 a 7,0
BIII	Grupo de absorção de água de 7,0 a 18,0
CP's	Corpos-de-prova
EDS	Energia Dispersiva de Raios-X
Fe	Ferro
g/L	Gramas por Litros
H <sub>2</sub> O	Água
LV	Lama Vermelha
MPa	Mega pascal
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MRF	Módulo de Ruptura à Flexão
PA	Porosidade Aparente
RLq	Retração Linear de Queima
Ti	Titânio
USEPA	United State Environmental Protection Agency
°C	Graus Celsius

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>14</b>
<b>2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....</b>	<b>15</b>
2.1 ALGUMAS CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS.....	16
2.2 MATÉRIAS-PRIMAS CERÂMICAS.....	17
<b>2.2.1 Argila.....</b>	<b>18</b>
<b>2.2.2 Caulim.....</b>	<b>19</b>
<b>2.2.4 Feldspato.....</b>	<b>20</b>
<b>2.2.4 Filitos.....</b>	<b>21</b>
<b>2.2.5 Microssílica.....</b>	<b>22</b>
<b>2.2.6 Lama vermelha.....</b>	<b>23</b>
2.3 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO.....	25
2.4 VARIÁVEIS DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO.....	27
<b>2.4.1 Moagem.....</b>	<b>27</b>
<b>2.4.2 Homogeneização (atomização).....</b>	<b>27</b>
<b>2.4.3 Prensagem (compactação).....</b>	<b>28</b>
<b>2.4.4 Secagem.....</b>	<b>29</b>
<b>2.4.5 Sinterização (queima).....</b>	<b>29</b>
2.5 PROPRIEDADES FINAIS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS.....	30
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>31</b>
3.1 MATERIAS-PRIMAS.....	31
3.2 PREPARAÇÃO DAS FORMULAÇÕES.....	31
3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO.....	32
<b>3.3.1 Caracterização das matérias-primas.....</b>	<b>32</b>
3.3.1.1 Análise química por fluorescência de raio-X.....	32
3.3.1.2 Análise mineralógica por difração de raios-X.....	33
3.3.1.3 Análise por microscopia eletrônica de varredura – (MEV).....	33
<b>3.3.2 Caracterização tecnológica.....</b>	<b>34</b>
3.3.2.1 Absorção de Água (NBR 13818/1997).....	34
3.3.2.2 Densidade Aparente (ISO 10545).....	34
3.3.2.3 Porosidade Aparente (ISO 10545).....	35

3.3.2.4 Retração Linear de Queima.....	35
3.3.2.5 Módulo de Ruptura a Flexão (MRF).....	36
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>37</b>
4.1 CARACTERIZAÇÕES DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	37
4.2 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	37
4.3 ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	38
4.4 ANÁLISES POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – (MEV).....	40
4.5 CARACTERIZAÇÕES TECNOLÓGICA DOS CORPOS CERÂMICOS.....	42
<b>4.5.1 Resultados preliminares dos parâmetros tecnológicos.....</b>	<b>42</b>
4.5.1.1 Densidade aparente.....	43
4.5.1.2 Porosidade aparente.....	44
4.5.1.3 Absorção de água.....	45
4.5.1.4 Retração linear de queima.....	46
4.5.1.5 Curvas de gresificação.....	47
4.5.1.6 Módulo de ruptura a flexão (MRF).....	49
<b>4.5.2 Resultados de ajuste de parâmetros das formulações anteriores.....</b>	<b>50</b>
4.5.2.1 Resultados com tempo de sinterização de 20 min.....	50
4.5.2.1.1 Densidade aparente.....	50
4.5.2.1.2 Porosidade aparente.....	51
4.5.2.1.3 Absorção de água.....	51
4.5.2.1.4 Retração linear de queima.....	52
4.5.2.1.5 Curvas de gresificação.....	53
4.5.2.1.6 Módulo de ruptura a flexão.....	54
4.5.2.2 Resultados com tempo de sinterização de 15 minutos.....	54
4.5.2.2.1 Densidade aparente.....	55
4.5.2.2.2 Porosidade aparente.....	55
4.5.2.2.3 Absorção de água.....	56
4.5.2.2.4 Retração linear de queima.....	57
4.5.2.2.5 Curvas de gresificação.....	57
4.5.2.2.6 Módulo de ruptura à flexão.....	58
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>60</b>
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	60
<b>6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>61</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As primeiras cerâmicas para revestimento arquitetônico só surgiram por volta de 500 a.C, permanecendo por vários séculos como materiais de uso restrito devido ao alto custo. Avanços no setor foram introduzidos pelos ceramistas italianos por volta de 1950 pela transformação dos processos de produção <sup>[1]</sup>.

Com o passar do tempo às técnicas de produção foi evoluindo, e começou-se a perceber que determinados tipos de argilas, bem como, as diferentes temperaturas e o tempo de exposição ao calor, resultavam em produtos cerâmicos com diferentes características. Hoje, graças ao conhecimento das propriedades químicas dos elementos e às técnicas avançadas de análises, é possível saber quais são os elementos químicos que conferem as diferentes propriedades físicas às cerâmicas e assim, consegue-se conferir às argilas as exatas dosagens necessárias destes elementos, permitindo a produção de cerâmicas para as mais diversas aplicações. Dentre estas diferentes aplicações encontram-se os revestimentos cerâmicos, utilizados para revestimento de pisos e paredes na construção civil <sup>[2]</sup>.

As placas cerâmicas para revestimentos são classificadas, em função da absorção de água, que tem influencia direta sobre outras propriedades do produto. A resistência mecânica do produto, por exemplo, é tanto maior, quanto mais baixa for à absorção, classificando os materiais da seguinte forma: porcelanato e grês de baixa absorção e resistência mecânica alta e semi-grês de média absorção e resistência mecânica média, semi-porosos e porosos de alta absorção e resistência mecânica baixa <sup>[3]</sup>.

No Pará existem jazidas de argilas caulínicas e caulim, que com adição de feldspato como fundente e outras matérias-primas tais como filito, microssilica e lama vermelha possibilita a fabricação das cerâmicas de revestimento. A lama vermelha é um resíduo da indústria de beneficiamento do alumina, gerada a partir do refino da bauxita para produção de alumina ( $Al_2O_3$ ) através do processo Bayer. É um subproduto do processo que requer cuidado em seu manuseio, em função do elevado teor de produtos químicos, em particular NaOH. Devido sua composição mineralógica semelhante às das matérias primas cerâmicas, pode ser empregada como componente para fabricação desses materiais. Diversos trabalhos na literatura reportam o emprego deste insumo em materiais cerâmicos de qualidade, tais como cerâmicas estruturais, revestimento, refratários, entre outros <sup>[4-7]</sup>.

No desenvolvimento de um produto cerâmico, a etapa de formulação da massa cerâmica e os cuidados exigidos por cada etapa do processamento são fundamentais para atender às exigências de qualidade e baixo custo. A formulação dos materiais cerâmico de

revestimento é uma etapa onde se busca estabelecer quimicamente uma relação das matérias primas para que determinadas fases possam ser obtidas. As ferramentas utilizadas para determinar os parâmetros necessários para formulações de massas cerâmicas em geral são de natureza empírica, e são trabalhadas a partir da análise da composição química das matérias primas disponíveis <sup>[8]</sup>.

Os principais insumos usados na fabricação de cerâmica de revestimento são argila, caulim, microssílica, filito e feldspato (fundente). Neste caso, o feldspato é o principal responsável pela característica do produto que apresenta elevada densificação e baixa absorção de água <sup>[8]</sup>.

A utilização de feldspato como fundente em cerâmica de revestimento esbarra em algumas dificuldades, tais como a existência de poucas jazidas no Brasil, o que eleva o custo do produto deste material. Para minimizar este efeito, estudos estão sendo conduzidos com objetivo de substituir parcialmente e totalmente o feldspato em massa de cerâmicas de revestimento <sup>[9]</sup>. Para tanto, algumas alternativas têm sido avaliadas, inclusive a aplicação de rejeitos industriais. Assim, este trabalho visou o estudo da viabilidade da utilização do resíduo da indústria de beneficiamento da bauxita (lama vermelha) como substituto parcial e total de fundentes feldspáticos, para produção de cerâmica de revestimento tais como grês, semi-grês, semi-porosos e porosos, com características técnicas adequadas.

## 2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Segundo a NBR 13.816 (ABNT, 1997<sup>a</sup>), placa cerâmica para revestimento é definida como um material composto por argila e outras matérias primas inorgânicas geralmente utilizadas para revestir pisos e paredes. São conformadas por extrusão ou por prensagem e em seguida são secadas e queimadas à temperatura acima da incandescência. Não é um material combustível e não são afetadas pela luz. Podem ser esmaltadas ou não esmaltadas <sup>[10]</sup>.

A ANFACER (Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica) mostra o perfil dos revestimentos cerâmicos no mercado nacional, distribuídos em <sup>[39]</sup>:

- 4% de porcelanato (AA < 0,5%);
- 7% de grês (AA de 0,5 a 3,0%);
- 18% de semi-grês (AA de 3,0 a 6,0%);
- 30% de poroso (AA > 10%);
- 41% de semi-poroso (AA de 6 a 10%).

O Brasil é, de acordo com a ANFACER, um dos cinco países que mais exportam revestimentos cerâmicos; com isso os produtos de grês se revelam uma boa alternativa para exportação, por suas características, ficando entre os produtos semi-porosos e os porcelanatos.

Algumas análises e ensaios, tais como: fluorescência de raios-X, carga de ruptura do material, absorção de água, queima e distribuição granulométrica, fornecem informações importantes para o apoio em todas as etapas de estudo da produção dos revestimentos cerâmicos.

O futuro do cenário mundial dos centros produtores de revestimentos cerâmicos depende muito do comportamento dos centros consumidores, que estão se tornando cada vez mais exigentes em termos de *design* de produtos, mas principalmente, em qualidade. Por isso, se faz importante o desenvolvimento de produtos cerâmicos com características técnicas melhores, tais como baixa absorção de água e, conseqüentemente, alta resistência mecânica, que também possam agregar valores a esses produtos <sup>[11]</sup>.

O termo “revestimentos” é usado genericamente tanto para os revestimentos (parede) quanto para os pavimentos (chão) cerâmicos <sup>[11]</sup>. O mercado consumidor atual aceita esta terminologia, adotando “revestimentos cerâmicos” como uma forma geral para materiais de acabamento <sup>[11]</sup>.

## 2.1 ALGUMAS CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Existem diferentes tipos de revestimentos cerâmicos sejam nos formatos, tipologias, mas principalmente, nas características técnicas do produto final. Assim sendo, os produtos são classificados quanto às classes de absorção de água. Por meio das normas, norte americano ASTM/ANSI C 973-88<sup>[12]</sup>, e da norma ISO 10545-3<sup>[13]</sup> pode-se distinguir materiais vitrificados de não vitrificados, simplesmente pela absorção de água.

Os materiais denominados de “grês” podem ser definidos como materiais cerâmicos muito compactos, constituídos por várias fases cristalinas dispersas em matriz vítrea, e que pela norma ISO 10545-3<sup>[13]</sup>, que rege o mercado nacional, são classificados no grupo B1b de absorção de água.

As Tabelas 1 e 2 mostram a classificação dos produtos, segundo as normas, americana ASTM/ANSI C 973-88<sup>[12]</sup> e ISO 10545<sup>[13]</sup>.

TABELA 1 – Classificação dos produtos pela absorção de água segundo a norma ASTM/ANSI a.137.1

Revestimentos Cerâmicos				
Absorção de água (%)	AA < 0,5	0,5 < AA < 3,0	3,0 < AA < 7,0	7 < AA < 18,0
Classificação	Muito vitrificado	Vitrificado	Semivitrificado	Não vitrificado*

\* Revestimentos para parede (azulejos)

TABELA 2 – Classificação dos produtos pelos grupos de absorção de água segundo a norma ISO 10545

Revestimentos Cerâmicos				
Absorção de água (%)	AA < 0,5	0,5 < AA < 3,0	3,0 < AA < 7,0	7,0 < AA < 18,0
Grupos	BIb	BIa	BIb	BIII *

\* Revestimentos para parede (azulejos)

Existe uma relação entre a porosidade do corpo cerâmico e a sua resistência mecânica, medida pela carga de ruptura (N) ou pelo módulo de resistência à flexão do material (N/mm<sup>2</sup>), onde se pode verificar, experimentalmente, que quanto maior a porosidade menor a resistência mecânica e vice-versa. Então, nota-se pelas Tabelas 1 e 2 que um produto com maior resistência mecânica, ou seja, com uma qualidade técnica superior, necessita de uma absorção de água tendendo a zero, ou a menor possível.

Deve-se levar em consideração que o processamento dos revestimentos cerâmicos também contribui para que essas variáveis sejam inversamente proporcionais.

## 2.2 MATÉRIAS-PRIMAS CERÂMICAS

As matérias-primas usadas na fabricação de produtos cerâmicos têm origem na natureza, podendo-se citar alguns minerais: argilas, caulim, feldspatos, albitas, filitos, talcos, calcários entre outros <sup>[14]</sup>. Algumas são empregadas em sua forma natural (bruta), outras são previamente beneficiadas e processadas, agilizando o processo.

Uma generalização que deve ser feita é a de que algumas matérias-primas para determinados produtos que recebem pouco ou nenhum processamento prévio, enquanto que para outros são intensamente beneficiadas. Por outro lado, há uma tendência para o processamento adicional (trituração, britagem, etc.) das matérias-primas, porque, hoje existem maiores exigências quanto às propriedades dos materiais <sup>[15]</sup>. Outro ponto importante é a seleção cuidadosa e detalhada das matérias-primas, a fim de se obter produtos finais com as características desejadas e que atendam as exigências do mercado.

### 2.2.1 Argila

A principal matéria-prima utilizada para a produção dos revestimentos cerâmicos é a argila, que é composta por partículas coloidais de diâmetro inferior a 0,005 mm, com alta plasticidade quando úmida, e que, quando seca, forma torrões dificilmente desagregáveis pela pressão dos dedos, segundo a ABNT <sup>[15]</sup>.

Conforme Van Vlack <sup>[16]</sup>, outras matérias-primas também são diretamente usadas nos processos de conformação para obtenção de materiais cerâmicos para revestimento, tais como: calcário, quartzo e minerais semelhantes, já citados como: feldspatos, talcos, filitos. A maioria desses materiais está abundantemente distribuída na natureza, e sua seleção se faz em dois critérios:

- 1) economia de mineração e transporte;
- 2) ausência (ou presença) de impurezas.

Para a identificação e quantificação dos diferentes elementos químicos que compõem os minerais de argilas, utiliza-se as técnicas como a fluorescência de raios X, com a qual é possível direcionar a melhor utilização ou aplicação para processos industriais de materiais cerâmicos para revestimento. Para uma argila ser considerada de boa qualidade e ser usada para uma determinada função é necessário que a mesma apresente uma composição química apropriada e, também, sejam conhecidas as quantidades de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$  e mais alguns óxidos que podem estar presentes em menores quantidades. As argilas podem ser definidas, quimicamente, na sua forma mais pura, como silicatos de alumínio hidratados, como a caulinita, por exemplo,  $(2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ . Porém, impurezas encontradas na estrutura de uma argila, tal qual os óxidos de alguns elementos como o potássio, ferro, sódio, magnésio, cálcio e outros, determinam suas características <sup>[17,18]</sup>. Altos teores de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  impõem à massa cerâmica uma coloração avermelhada. A Figura 1, a seguir ilustra um depósito de argila, muito comum em indústrias cerâmicas da região de Marabá-PA.

FIGURA 1 – Depósito de argila em indústria local.



Fonte: cerâmica Amapá, 2009.

### 2.2.2 Caulim

O caulim é formado basicamente pela caulinita e possui cor branca devido ao baixo teor de ferro, o qual faz parte do dia a dia de todo mundo e quase ninguém percebe. Trata-se de um mineral argiloso branco, não inflamável, não tóxico e que não apresenta reatividade química. Ele é empregado na fabricação de papéis especiais que apresentam alto brilho e lisura, melhorando a impressão e a escrita.

Também é usado na fabricação de cerâmicas, porcelanas, cosméticos, materiais de higiene, filtros catalisadores para controle de poluição em automóveis, plásticos, borrachas entre outros produtos<sup>[19]</sup>.

O termo caulim deriva da palavra chinesa kauling (colina alta), referência à colina Jauchau Fu, localizada na China, onde o caulim é extraído há muitos séculos.

Por ser um dos seis minerais mais abundantes da crosta terrestre, possui ampla distribuição geográfica e é encontrado em vários continentes.

No Brasil, a região amazônica é a que apresenta jazidas do tipo sedimentar com o mineral em seu estado mais puro, diferente do que acontece no centro-sul do país onde ocorre a predominância de caulim primário<sup>[19]</sup>. Como se ver na Figura 2, a seguir.

FIGURA 2 – Caulim em estado bruto.



Fonte: Imerys, 2012.

### 2.2.3 Feldspatos

Os feldspatos são minerais que têm a função de diminuir a temperatura de formação de fase líquida durante a etapa de queima. Ou seja, são conhecidos como materiais fundentes. Quimicamente podem se distinguir em <sup>[20,21]</sup>:

- Ortoclásio: feldspato potássico -  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ;
- Albita: feldspato sódico –  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ;
- Anortitas: feldspato cálcico –  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ .

São matérias-primas, portanto, responsáveis pela diminuição da porosidade das peças cerâmicas, principalmente, para produtos de grês e grês porcelanato, diminuindo os índices de absorção de água <sup>[21,22]</sup>, e conseqüentemente aumentando os valores de resistência mecânica (carga de ruptura) dos revestimentos cerâmicos.

Para promover a formação de fase líquida, os componentes mais eficazes são os óxidos de metais alcalinos,  $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ , e alcalinos terrosos,  $\text{CaO}$  e  $\text{MgO}$ . Porém, nesta fase líquida, um ponto importante é a viscosidade, que pode ser determinada e/ou controlada pela proporção de óxidos formadores de vidro ( $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e dos óxidos modificadores de rede ( $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) <sup>[22]</sup>.

Contribui ainda, a relação Na/K. A adição de albita (feldspato sódico) ao ortoclásio (feldspato potássico) favorece a formação da fase líquida, diminuindo a temperatura de sinterização, não só para os porcelanatos, mas também para produtos de grês. Assim, os revestimentos, em que se utilizou deste fundamento, apresentaram maior resistência mecânica

e menor absorção de água, mas a retração linear aumentou <sup>[23]</sup>. A Figura 3 ilustra uma quantidade significativa do feldspato processado.

FIGURA 3 – Feldspato processado.



Fonte: autor, 2012.

A fase vítrea se apresenta a temperaturas mais baixas em corpos com proporções de sódio maiores que de potássio, fazendo com que o material seja mais fundente. Este ponto é importante para uma análise em massas cerâmicas direcionadas à fabricação de produtos com valores menores de absorção de água. O líquido formado durante a queima por um material fundente em temperaturas mais baixas tende a preencher os espaços vazios do corpo cerâmico, reduzindo ou eliminando a porosidade, dependendo da viscosidade de fusão <sup>[20]</sup>.

#### 2.2.4 Filitos

São rochas metamórficas, constituídas por caulinita  $[Al_2(Si_2O_5)(OH)_4]$ , quartzo ( $SiO_2$ ) e mica  $[Al_2K(Si_{1,5}Al_{0,5}O_5)_2(OH)_2]$ , que são utilizadas para substituição parcial dos feldspatos pelo alto teor de potássio que pode ser encontrado e verificado pela análise química de sua composição. Na natureza, são materiais facilmente friáveis, porém se apresentam como uma rocha dura (material rochoso). Com um grande valor prático para o processo cerâmico, os filitos têm baixo resíduo em peneiras de malha 200 mesh <sup>[24]</sup>, o que possibilita o seu uso sem praticamente nenhum beneficiamento prévio na composição de massas cerâmicas, em quaisquer que sejam as finalidades <sup>[20]</sup>.

Pode ser encontrado na natureza com cores variadas, partindo do branco ou branco-acinzentado, a avermelhado, passando pelo amarelo, bege e verde claro <sup>[20]</sup>. A Figura 4 ilustra o filito avermelhado.

FIGURA 4 – Filito avermelhado.



Fonte: Autor, 2013.

### 2.2.5 Microssílica

A microssílica é um material amplamente utilizado em concretos refratários, pois melhora significativamente seu empacotamento durante a moldagem, sua fluidez e resistência mecânica a verde.

A microssílica é um subproduto da reação entre quartzo de alta pureza e carvão na produção de silício metálico e ligas ferro-silício. Também é obtida na produção de outras ligas, tais como ferro cromo e ferro-manganês. A microssílica é constituída por finas partículas amorfas e esféricas de dióxido de silício, com diâmetro médio de 0,1  $\mu\text{m}$  e com área superficial próxima a 20  $\text{m}^2/\text{g}$  <sup>[25]</sup>.

Quando adicionada à formulação do concreto ou cerâmica de revestimento, a microssílica é usada para preencher parte dos vazios disponíveis na distribuição granulométrica, resultando em uma menor quantidade de água para obtenção de uma determinada fluidez <sup>[26]</sup>. Além disso, o contato desse material com a água e o cimento disponível no concreto origina uma reação conhecida na literatura como pozolânica. Tal reação tem como principal característica a formação de um gel que se distribui por toda estrutura do material, elevando assim a resistência mecânica a verde do concreto <sup>[27]</sup>.

Além dessas vantagens, a microsilica propicia a formação de mulita em concretos aluminosos quando em uso em elevadas temperaturas, conferindo maior resistência mecânica a quente, elevada resistência à abrasão e ao choque térmico [25].

Ao mesmo tempo em que eleva a resistência mecânica, a adição de microsilica também pode reduzir a permeabilidade do material (aumento do empacotamento e formação de gel). Tendo em vista que o comportamento de explosão é dependente de um balanço entre essas duas propriedades, pode-se afirmar que tal adição poderia favorecer a resistência à explosão através do aumento da resistência mecânica. No entanto, poderia dificultar a eliminação da água, ocasionando pressurização e a possível explosão do refratário, através da redução na permeabilidade. Desta forma, seria importante estabelecer qual a relevância dessas variáveis no comportamento de explosão de concretos contendo microsilica. A Figura abaixo ilustra a microsilica Processada.

FIGURA 5 – Microsilica processada.



Fonte: Renata Anjos, 2012.

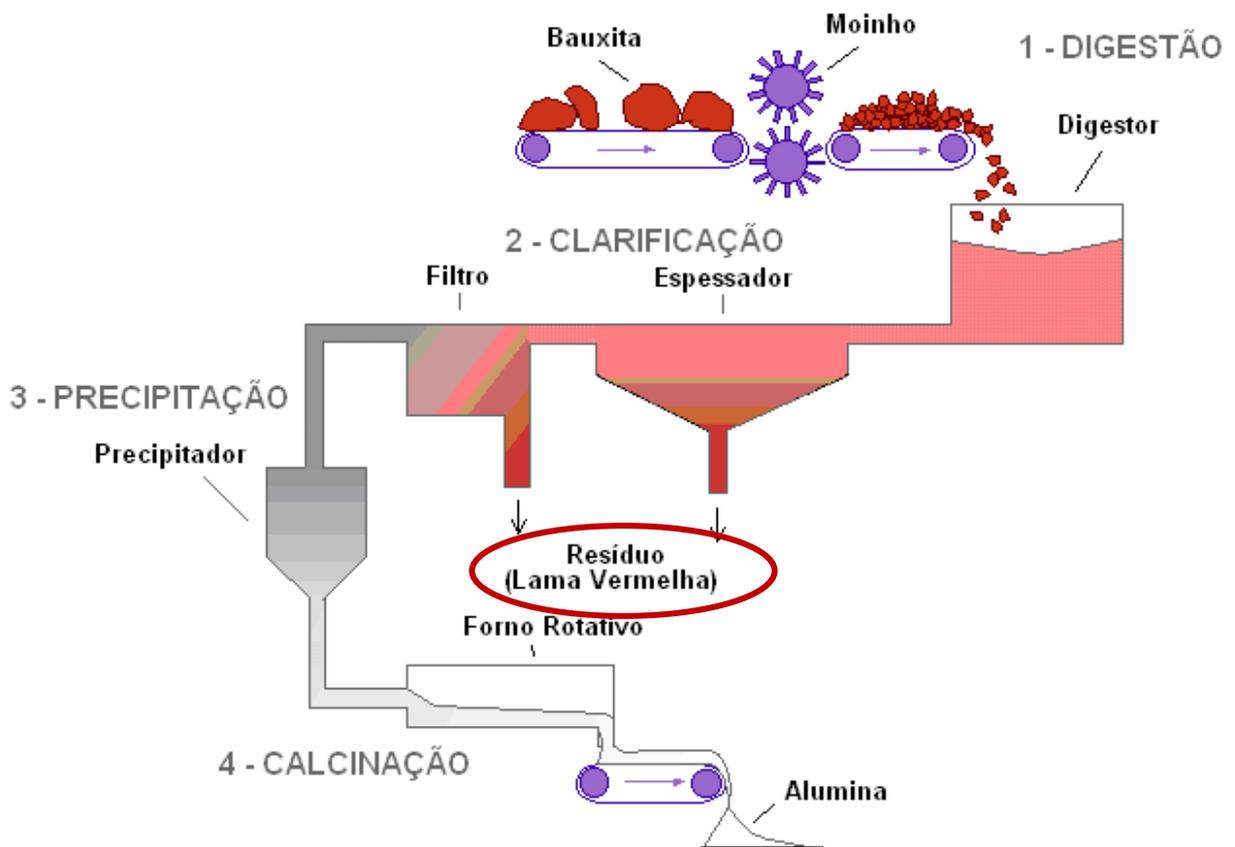
### 2.2.6 Lama vermelha

A lama vermelha, resíduo da indústria de beneficiamento do alumino, é gerada a partir do refino da bauxita para produção de alumina ( $Al_2O_3$ ) através do processo Bayer durante o processo de clarificação [4]. A Figura 6 mostra o fluxograma do processo Bayer. O rejeito retém, da bauxita original, todo ferro e titânio sob forma de óxido e toda a sílica e parte do alumínio combinando com o sódio sob a forma de um silicato hidratado de alumínio e sódio de natureza zeolítica [28].

A lama vermelha não é um material particularmente tóxico, e de fato o U.S EPA não a classifica como dejetos perigosos; porém, a produção de lama vermelha através de fábricas de alumina constitui um problema ambiental de proporções consideráveis, devido às proporções do volume de lama vermelha gerado em uma fábrica de alumina típica e sua causticidade.

Uma planta de produção de alumina pode gerar 0,5 a 2 toneladas de sólidos secos de lama vermelha para cada tonelada de alumina produzida. Além disso, até duas toneladas de licor cáusticos de 5 a 20 g/L (como  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) podem acompanhar cada tonelada de sólidos secos de lama, sendo assim é um problema considerável [29].

FIGURA 6 - Fluxograma e esquema do processo Bayer



Fonte: Silva Filho, 2006.

As indústrias de fabricação e transformação de materiais produzem em maior ou menor grau, certa quantidade de resíduos que nem sempre são reaproveitados ou têm um destino ecologicamente correto; no caso da lama vermelha, esta é disposta em lagoas projetadas conforme ilustrado na Figura 7. A composição química da lama vermelha varia extensamente e depende da natureza da bauxita e da técnica empregada no processo Bayer em cada planta industrial.

FIGURA 7 – Lagoa de disposição de lama vermelha da Alunorte. S A

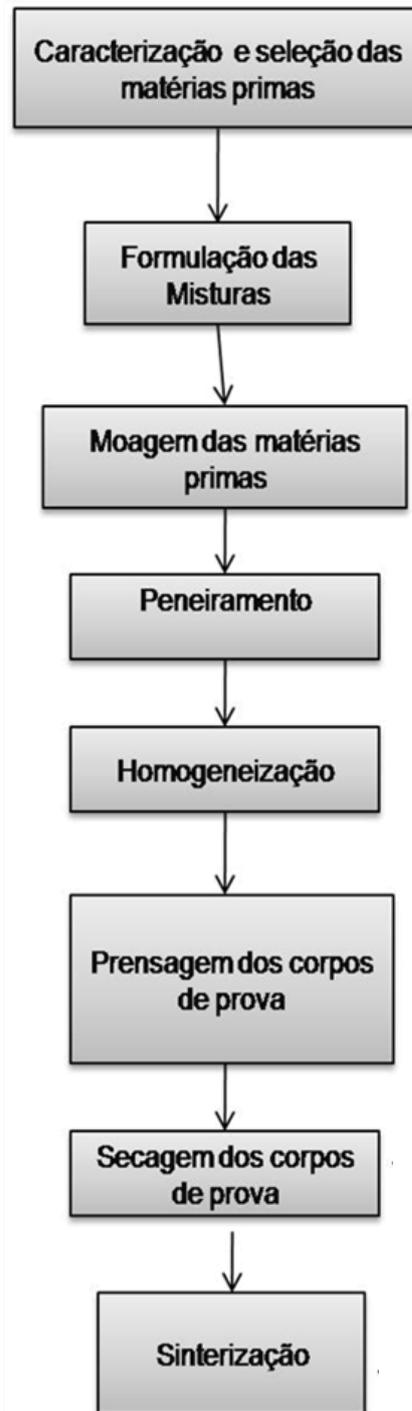


Fonte: Alunorte, 2007.

### 2.3 PROCESSOS DE FABRICAÇÃO

A manufatura de um produto com alto desempenho, como é o caso do revestimento cerâmico, por meio do controle microestrutural rigoroso, requer alta qualidade da matéria-prima e um processo de produção altamente tecnológico. Essas características estão mais próximas dos processos de cerâmicas “high-tech” do que aqueles para manufaturar produtos cerâmicos tradicionais. A sequência deste processo de fabricação compreende algumas etapas, as quais estão descritas no fluxograma apresentado na Figura 8.

FIGURA 8 – Fluxograma do Procedimento Experimental.



## 2.4 VARIÁVEIS DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE CERÂMICA DE REVESTIMENTO

Não só da natureza química e dos comportamentos físicos das matérias-primas que os revestimentos cerâmicos dependem para atender suas características finais. Dependem, também, do processo produtivo e dos controles de suas variáveis, avaliando as interações entre os aspectos tecnológicos de origem físico-química e os parâmetros de processamento nas várias etapas do processo <sup>[30]</sup>.

### 2.4.1 Moagem

O objetivo da moagem é diminuir, o máximo possível, o tamanho das partículas das matérias-primas envolvidas no processo e garantir a homogeneização da massa cerâmica dentro de uma distribuição granulométrica definida. É uma etapa em que se deve ter um controle sobre a granulometria da massa cerâmica, que é uma solução resultante da moagem e que consiste de matérias-primas e água, isto dentro de um processo de moagem chamado via úmido. Um alto grau de moagem pode influenciar na reatividade entre os vários componentes durante a queima devido à maior área de contato superficial entre as partículas, e com isso contribuir na melhoria da resistência mecânica do material queimado <sup>[8,30]</sup>.

Para a fabricação de cerâmica de revestimento, a moagem se dá via úmido, devido à finas granulométricas e ao rigoroso tamanho de atomizado requerido para alcançar as características desejadas.

### 2.4.2 Homogeneização (atomização)

Nesta etapa do processo é realizada a evaporação parcial da água na formulação, acarretando assim a formação de aglomerados esféricos (também conhecido por pó atomizado) com características e propriedades adequadas como o tamanho e o formato, para as operações seguintes.

A homogeneização ocorre em moinho de bolas para acelerar o processo, assim melhorando as formulações para uma boa prensagem dos corpos de prova.

### 2.4.3 Prensagem (compactação)

É uma das etapas mais importantes do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos, pois uma má compactação dos aglomerados pode acarretar vários defeitos nas peças cerâmicas.

As partículas das matérias-primas (aglomerados) são comprimidas até um menor volume possível, por meio de uma pressão exercida, obtendo-se um empacotamento e agregação destas partículas. O empacotamento vem a ser o preenchimento total ou parcial dos espaços, com o uso de partículas que podem ser de formatos retangulares ou arredondados. Sendo assim, pode-se obter alta densidade aparente a cru, mas que seja compatível com os problemas de desgaseificação, que podem ocorrer durante a etapa de queima (sinterização) [17,30].

O que pode contribuir para um bom empacotamento são a forma, o arranjo e a distribuição dos tamanhos das partículas. Uma completa caracterização da massa cerâmica, habitualmente composta por partículas sólidas em suspensão aquosa suficientemente defloculada (dispersa), preparada para a atomização é importante para o processo de produção do pó homogeneizado, isto inclui sua densidade e viscosidade [3].

Para a fabricação de peças de revestimentos cerâmicos são utilizadas prensas hidráulicas para a compactação dos aglomerados, conferindo-lhes além da resistência mecânica a cru, a forma geométrica desejada.

As prensas hidráulicas são equipamentos onde a ação da prensagem se dá mediante a transformação de energia hidráulica em força de deformação. Um pistão de duplo efeito que se move no interior de um êmbolo é o órgão principal do movimento da máquina. Estas prensas têm como características principais a constância na força de prensagem, que influencia diretamente na retração das peças cerâmicas após a queima pela pressão de compactação, ou seja, quanto maior a pressão de prensagem, menor será a retração do produto acabado e vice-versa; a granulometria; a umidade e a distribuição de pó nos estampos, que são condições que afetam o pó a prensar e, a constância no tempo do ciclo de prensagem que dá condição à alta produtividade [30,31,33].

Pode-se dizer ainda que em peças com alta densidade aparente a cru, são encontrados valores de umidade do pó elevados ou uma maior pressão de compactação. Estas três variáveis são importantes, pois determinam às características do módulo de ruptura das peças cruas e queimadas, a absorção de água e a retração linear após a queima.

#### 2.4.4 Secagem

A operação de secagem é considerada aparentemente simples, uma vez que os fenômenos físicos que são verificados durante a evaporação de umidade residual das massas cerâmicas são evidentes e controláveis. O único problema neste caso é exclusivamente do equipamento a ser utilizado nesta etapa. Com a evaporação da água residual, nota-se um aumento na resistência mecânica da peça cerâmica crua, e que é atribuída pela densificação provocada pelo empacotamento e atração de partículas que aumentam as forças de ligação entre elas <sup>[8,31]</sup>.

É um processo térmico que realiza a eliminação de grande parte da água de constituição e de adsorção, e depende de alguns fatores: estado do ar (temperatura e umidade), a quantidade de ar em contato com o material a secar, a superfície específica do material (relação superfície/volume) e a natureza do material <sup>[33]</sup>.

#### 2.4.5 Sinterização (queima)

A sinterização dos materiais cerâmicos é uma etapa do processo, onde se manifestam todas as operações realizadas durante a fabricação, aparecendo frequentemente defeitos nas peças acabadas ocasionados em etapas anteriores, mas que até então não haviam sido detectados.

Na sinterização as partículas se aglomeram formando uma massa coerente que trazem mudanças significativas ao produto cerâmico, sugerido por Van Vlack <sup>[16]</sup> como:

- i) redução na área específica total;
- ii) redução no volume aparente total (diminuição da porosidade);
- iii) aumento na resistência mecânica.

Pode-se definir como sinterização o processo de tratamento térmico a temperaturas elevadas, onde um sistema de partículas individuais ou um corpo poroso sofrem modificações em algumas de suas propriedades no sentido de chegar num estado de máxima densificação possível, reduzindo conseqüentemente, a porosidade do material. Devido a densificação, o material sofre uma retração (que se pode chamar de retração de queima do material), influenciando na estabilidade dimensional e na resistência mecânica final do produto cerâmico <sup>[16,35]</sup>.

Quando as partículas se unem em um contato mais íntimo, o que reduz a porosidade, iniciam-se os mecanismos de sinterização, que podem ser divididos em três estágios, conhecidos também como teoria da sinterização [35, 36, 37]:

i) etapa inicial ou formação da área de contato (necking stage): as partículas começam a unir-se entre si. Nesta etapa da sinterização não há um crescimento visível das partículas e a retração macroscópica é praticamente imperceptível.

ii) diminuição do volume dos poros: com o tempo de sinterização, os poros (fases vazias) diminuem, e se tem um sistema formado por um material maciço e poros. Os poros são na realidade um reservatório de vazios, os vazios se difundem dentro da matriz e são aniquilados nos poros maiores no estágio intermediário, do qual os poros ainda são maiores e ao mesmo tempo ainda há bastante contorno de grão. Neste estágio a retração e a diminuição da porosidade apresentam uma velocidade maior que no estágio final.

iii) formação da porosidade fechada: neste estágio, os poros tendem a conseguir uma forma esférica. A velocidade de sinterização diminui e o aumento da retração da peça cerâmica é muito menor do que na etapa anterior, sendo difícil determinar o término do processo de sinterização.

## 2.5 PROPRIEDADES FINAIS DOS REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Os revestimentos cerâmicos adquirem suas propriedades finais tão logo tenha sido concluído todo o seu processamento, principalmente após a fase de sinterização ou queima, cujo objetivo maior é desenvolver as microestruturas adequadas por meio da transformação físico-química das massas cerâmicas.

A resistência mecânica de um material, uma das principais propriedades dos materiais cerâmicos, se comporta inversamente proporcional com a absorção de água. Isto porque, a absorção de água tem relação direta com a porosidade e seu tamanho de grão; em outras palavras, uma maior resistência mecânica é obtida quando há simultaneamente baixa porosidade e pequeno tamanho de grão. Todavia, deve-se limitar, o tanto quanto possível, a porosidade do material, uma vez que na tentativa de baixá-la pode-se provocar uma deformação, já é uma função específica da temperatura e do tempo de queima [17].

O que se busca são materiais mais resistentes mecanicamente e com baixas absorções de água, o que dá um incremento técnico e comercial aos revestimentos cerâmicos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAS-PRIMAS.

Foram selecionadas as seguintes matérias-primas:

- Argila Amapá - Marabá – (PA)
- Caulim - São Domingos do Capim – (PA)
- Feldspato - Parelhas – (RN)
- Filito – Marabá – (PA)
- Microssílica - Breu Branco – (PA)
- Lama vermelha – Barcarena – (PA)

Dentre os materiais selecionados, 90% são provenientes do Estado do Pará, de localidades próximas à Marabá, o que facilitou o processo de seleção do material, evidenciando que a região tem abundância de matérias-primas para a fabricação de cerâmicas tradicionais e até, cerâmicas de alta tecnologia.

#### 3.2. PREPARAÇÃO DAS FORMULAÇÕES

Depois da seleção das matérias-primas, estas foram secas ao ar, desaglomeradas e secas em estufa a 100°C por 24 horas. Após secagem, as mesmas foram trituradas em almofariz e peneiradas em malha de 250 mesh Tyler (63 µm).

As formulações adotadas para este trabalho com finalidade de desenvolver uma cerâmica de revestimento, empregou a lama vermelha resíduo industrial em porcentagens que variaram de 20% a 40%, para substituição parcial de fundentes feldspáticos. As matérias-primas das formulações estão ilustradas na tabela 8.

TABELA 3 – Formulações propostas.

Formulação	Argila (%)	Caulim (%)	Feldspato potássio (%)	Lama vermelha (%)	Microssilica (%)	Filito (%)
FI	30	30	40	-	10	-
FII	30	30	20	20	-	-
FIII	30	30	-	40	-	-
FIV	20	30	10	30	10	-
FV	30	30	10	20	-	10
FVI	25	25	10	20	10	10

Para a confecção dos corpos-de-prova (CP's), cada formulação foi umidecida com água, e conformada em prensas hidráulicas que permitiram moldar barras retangulares em uma matriz de aço com dimensões (6 cm x 2cm). Antes da sinterização final, os CP's sofreram uma calcinação por 1 hora a 300°C em forno tipo mufla. Por fim, foram sinterizadas em forno de resistência elétrica (Fortelab 1350) nas temperaturas de 1150 °C, 1175 °C e 1200 °C, sendo que cinco corpos-de-prova de cada formulação foram confeccionados, para cada uma das três temperaturas. O tempo de patamar de queima foi de 15 minutos, nas formulações V e VI e 20 minutos para todas.

### 3.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Algumas caracterizações foram realizadas nas matérias-primas e nos produtos, com o objetivo de determinar suas características físico-químicas, mineralógicas e tecnológicas, de acordo com as análises apresentadas a seguir.

#### 3.3.1 Caracterização das matérias-primas

##### 3.3.1.1 Análise química por fluorescência de raios-X.

É fundamental o conhecimento da composição química das matérias-primas para que seja feita uma caracterização criteriosa, de modo que venha contribuir com informações importantes para interpretação dos resultados obtidos.

A determinação da composição química das amostras requeridas foram realizadas por espectroscopia de fluorescência de raios-X, utilizando espectrômetro WDS sequencial, modelo Axios Minerals da marca PANalytical, com tubo de raios-X cerâmico, anodo de ródio (Rh) e máximo nível de potência 2,4 KW.

As amostras foram analisadas em dois modos de preparação:

a) Disco Fundido: 1 g de amostra + 6 g de fundente (Tetraborato de Lítio -  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), mistura fundida a 1000 °C por 10 min.

b) Pastilha Prensada: 3 g de amostra + 0,9 g de aglomerante (cera de parafina), mistura prensada com uma carga de 20 toneladas.

As aquisições e tratamento dos dados foram realizados através do software Super Q Manager da PANalytical.

### 3.3.1.2 Análise mineralógica por difração de raios-X.

A identificação dos componentes mineralógicos foi feita através da difratometria de raios-X, em que cada espécie mineral cristalina tem uma característica específica de difração. Proporciona uma informação precisa, mesmo quando se tem misturas com outras espécies minerais.

As análises foram realizadas em difratômetro de raios-X modelo X'PERT PRO MPD (PW 3040/60), da PANalytical, com Goniômetro PW3050/60 (Theta/Theta) e com tubo de raios-x cerâmico de anodo de Cu ( $K\alpha_1 = 1,5406 \text{ \AA}$ ), modelo PW3373/00, foco fino longo, 2200W, 60kv. O detector utilizado é do tipo RTMS, X'celerator.

A aquisição de dados foi feita com o software X'pert Data Collector, versão 2.1a, e o tratamento dos dados com o software X'Pert HighScore versão 2.1b, também da PANalytical.

A identificação dos minerais é feita através da comparação do difratograma obtido com padrões (fichas) do bando de dados do ICDD-PDF (International Center dor Diffraction Data – Powder Diffraction File).

### 3.3.1.3 Análise por microscopia eletrônica de varredura – (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um instrumento muito versátil e usado rotineiramente para a análise morfológica e microestrutural de materiais sólidos. Apesar da complexidade dos mecanismos para a obtenção da imagem, o resultado é uma imagem de muito fácil interpretação.

O aumento máximo conseguido pelo MEV fica entre o microscópio ótico (MO) e o microscópio eletrônico de transmissão (MET). A grande vantagem do MEV em relação ao microscópio ótico é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm (20 - 50 Å) - atualmente existem instrumentos com até 1 nm (10 Å) - enquanto que no ótico é de 0,5 µm. Comparado com o MET a grande vantagem do MEV está na facilidade de preparação das amostras.

As análises de MEV foram feitas através de um microscópio eletrônico HITACHI, modelo TM 3000.

### 3.3.2 Caracterização tecnológica

#### 3.3.2.1 Absorção de Água (NBR 13818/1997)

Este ensaio é largamente utilizado no setor de revestimentos cerâmicos. Estabelece os campos de aplicação de um determinado material e a sua qualidade. Os corpos-de-prova sinterizados, depois de secos em estufa a temperatura de 100°C durante 24 horas, foram pesados e submersos em água durante 24 horas, conforme os procedimentos das normas NBR 13818/1997 e ISO 10545 / parte 3(1995) . Decorrido este tempo, os corpos-de-prova foram novamente pesados e a absorção de água (AA) foi determinada pela razão entre a diferença dos pesos final e inicial pelo peso inicial dos corpos de prova, conforme Equação 1.

$$AA = \frac{P_u - P_s}{P_s} \quad (\times 100) \quad (1)$$

Onde:

Ps = peso do corpo de prova seco

Pu = peso do corpo de prova úmido

#### 3.3.2.2 Densidade Aparente (ISO 10545)

Este ensaio foi utilizado para determinar a razão entre massa e volume da amostra, e adicionalmente é uma das formas de se determinar a porosidade. Foi realizado seguindo a regulamentação descrita na parte 3 da norma citada no item anterior. As amostras foram imersas em água, em temperatura ambiente por 24 h. Em seguida, foram retiradas da água e o líquido em excesso foi absorvido por um guardanapo, sendo pesadas para determinação do

peso úmido. Em seguida, efetuou-se a pesagem das amostras imersas em água, a fim de se medir seu peso imerso. A última etapa consistiu em aplicar a Equação 2:

$$Dap = \frac{Ps}{Pu - Pi} L \text{ (x100)} \quad (2)$$

Onde:

Ps = peso do corpo de prova seco

Pu = peso do corpo de prova úmido

Pi = peso do corpo de prova imerso

L = densidade do líquido usado

### 3.3.2.3 Porosidade Aparente (ISO 10545)

Este procedimento, regulamentado pela norma ISO 10545 partes 3 – 1995 foram usado para se determinar a quantidade de poros no produto sinterizado. Este é a relação entre o volume de poros abertos dos corpos-de-prova e o volume aparente do mesmo. O procedimento é similar ao descrito anteriormente no ensaio de densidade, porém, como mostra a Equação 3, é feita a diferença entre peso úmido e peso seco, onde o resultado obtido é dividido pela diferença entre o peso úmido e o peso imerso.

$$PA = \frac{Pu - Ps}{Pu - Pi} \text{ (x100)} \quad (3)$$

Onde:

Ps = peso do corpo de prova seco

Pu = peso do corpo de prova úmido

Pi = peso do corpo de prova imerso

### 3.3.2.4 Retração Linear de Queima

A retração linear de queima (RLq) é dada pela medida do corpo de prova, antes e após a queima, mediante a utilização de um paquímetro digital (precisão de  $\pm 0,01$  mm), conforme Equação 4.

$$R\% = \frac{L_f - L_i}{L_i} \times 100 \quad (4)$$

Onde:

R(%) = retração térmica linear (%)

L<sub>i</sub> = comprimento da amostra a verde (mm)

L<sub>f</sub> = comprimento da amostra sintetizada (mm)

### 3.3.2.5 Módulo de Ruptura à Flexão (MRF)

A determinação do MRF é importante para determinar as propriedades mecânicas dos corpos-de-prova. É um dado de suma importância para avaliar a qualidade das composições. Os corpos-de-prova foram submetidos à ensaios de flexão a três pontos (Figura 4), em uma máquina de ensaios universal (EMIC) de acordo com os procedimentos da norma ISO 10545/ parte 4 (1994). Os valores da especificação são dados pela norma ISO 13006.

$$MRF = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (\text{Equação 6})$$

Onde:

MRF = módulo de ruptura à flexão (MPa)

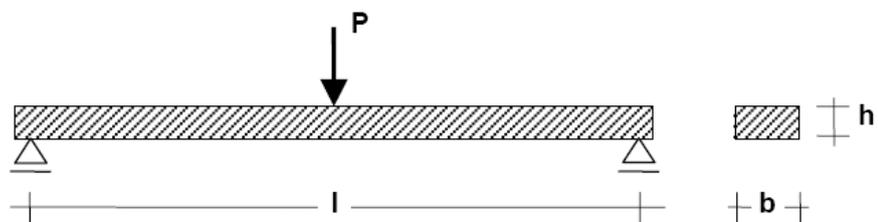
L = distância entre os apoios do corpo-de-prova (mm)

h = altura do corpo-de-prova (mm)

P = carga atingida no módulo de ruptura (N)

b = largura do corpo-de-prova (mm)

FIGURA 9 – Esquema de ensaio de flexão em três pontos



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados dos ensaios realizados para que se possam caracterizar os produtos formados como cerâmica de revestimento.

### 4.1 CARACTERIZAÇÕES DAS MATÉRIAS-PRIMAS

As matérias-primas foram selecionadas de modo que a interação entre elas, numa composição, resultasse em uma massa de cerâmica de revestimento. A caracterização das matérias-primas iniciou-se com a análise química de cada uma delas para a determinação da porcentagem dos elementos químicos que a compõem.

### 4.2. ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS

Observou-se que argila, caulim, feldspato, lama vermelha e filito apresentaram uma elevada porcentagem de  $Al_2O_3$ , que auxilia nas formulações melhorando as propriedades mecânicas após queima, e o teor de  $SiO_2$  em todas os materiais, com exceção do feldspato, apresentaram porcentagens bem mais elevadas, assim fornecendo um caráter refratário ao material

O  $Fe_2O_3$  em concentrações mais altas, presente na lama vermelha, confere à massa uma coloração mais escura, e que nas composições das formulações, participa como fundente e confere uma tonalidade marrom-avermelhada ao produto depois de sinterizado.

A Tabela 4, a seguir, apresenta os valores da análise química semi-quantitativa das matérias-primas, obtidos por fluorescência de raios-X.

TABELA 4 – Análise química semi-quantitativa das materias-primas (%).

MP*/ Óxidos	Argila	Caulim	Feldspato	Lama vermelha	Microssilica	Filito
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20,17	34,92	17,35	19,1	0,17	21,67
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,96	0,54	0,14	40,2	0,24	9,3
K <sub>2</sub> O	1,62	0,06	7,4	0,12	3,49	5,05
MgO	0,53	-	0,01	0,04	2,39	1,13
MnO	-	-	-	-	-	-
Na <sub>2</sub> O	0,34	-	4,47	9,01	0,07	0,15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,13	-	-	-	-	0,08
SiO <sub>2</sub>	61,64	51,54	69,54	19,9	89,04	55,95
TiO <sub>2</sub>	0,84	0,37	0,01	3,07	-	0,86
ZrO <sub>2</sub>	0,04	-	-	-	-	-
CaO	-	-	0,10	1,23	0,52	-
SO <sub>3</sub>	-	-	-	-	0,84	-
Cal livre	-	-	-	-	8,73	-
Equiv.Alc. Na <sub>2</sub> O	-	-	-	-	2,37	-
Outros	-	-	-	-	-	0,2
PF	8,73	12,67	0,98	9,12	0,2	5,6

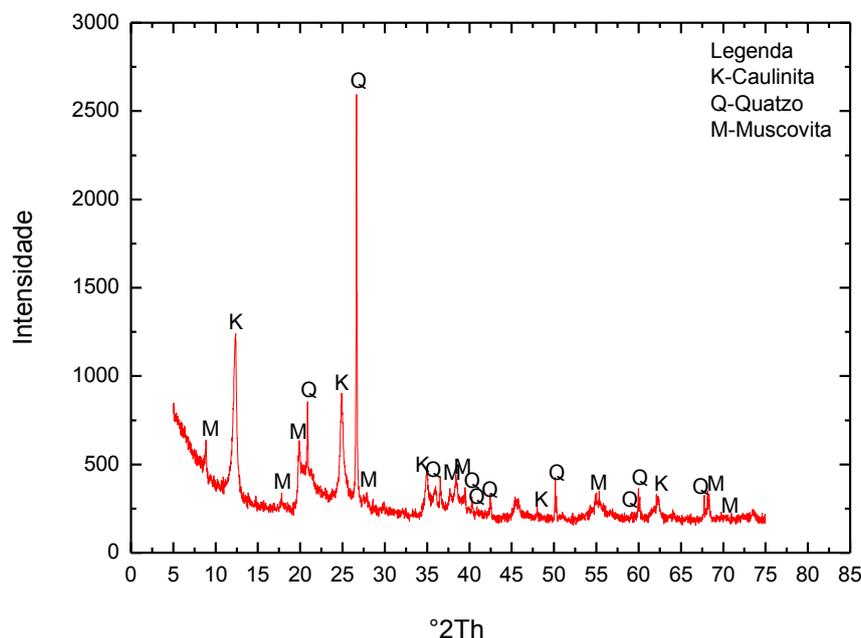
\*Materiais-prima

Fonte: Autor,2012.

#### 4.3 ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

No resultado da análise de difração de raios-X da argila, foram evidenciadas, predominantemente, três fases: caulinita, muscovita e quartzo. A amostra apresentou característica mineralógica comum às argilas da região, que são extraídas das várzeas dos rios Itacaiúnas e Tocantins como mostra o difratograma a seguir Figura 10.

FIGURA 10 – Difratoograma de raios-X da argila.



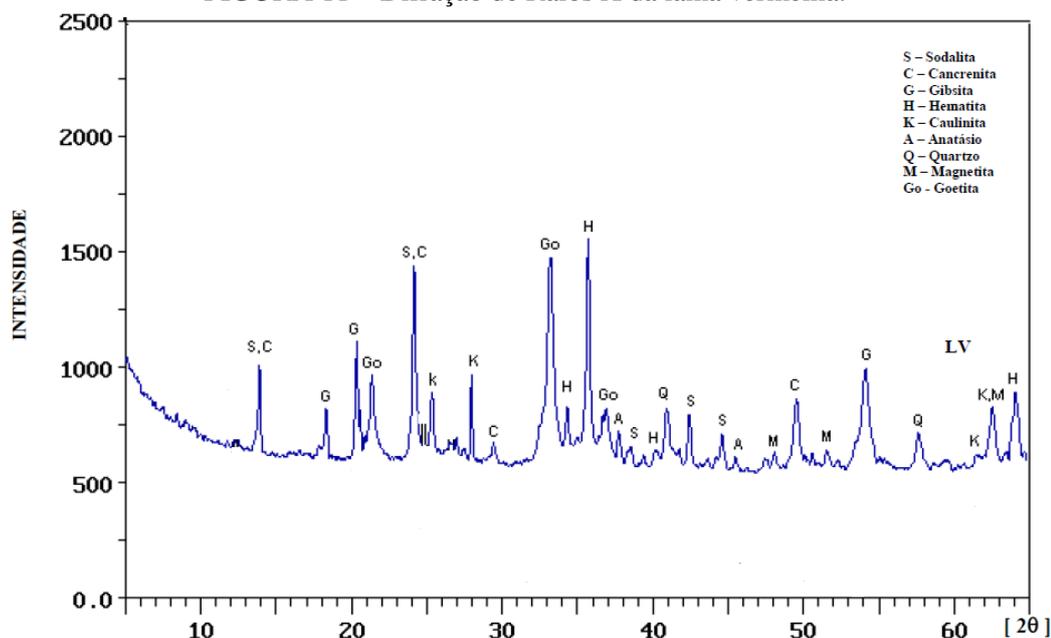
Fonte: Vinicius,2010

O difratograma da lama vermelha, observado na Figura 11, revela a presença de gibsitita (4,832 Å; 4,361 Å e 4,307 Å), pois se trata, sobretudo de lama vermelha proveniente de bauxito gibsítico, hematita (2,696 Å; 2,512 Å e 2,205 Å), anatásio (3,506 Å; 2,385 Å e 1,891 Å), quartzo (4,260 Å; 3,303 Å e 2,450 Å), estes últimos confirmados pela análise química efetuada na matéria-prima conforme verificado na Tabela 8.

Verificou-se também, pela presença bastante intensa dos picos 4,16 Å; 2,69 Å e 2,46 Å, a existência de minerais como a goetita, magnetita (2,352 Å; 1,484 Å e 2,967 Å) e uma leve presença do argilomineral caulinita, pelos picos a 7,178 Å; 3,506 Å e 1,485 Å. Uma observação mais detalhada no difratograma revela a presença de zeólitas de sódio como a cancrinita e a sodalita pela existência de picos em 6,373 Å; 4,161 Å; 3,681 Å; 3,191 Å; 2,759 Å e 3,681 Å; 2,513 Å; 2,335 Å; 2,029 Å; 1,992 Å, respectivamente.

Toda essa análise detalhada na lama vermelha mostrou que a ação dos minerais presentes na sua composição deve ser de fundente.

FIGURA 11 – Difração de Raios X da lama vermelha.



Fonte: Araujo, 1998.

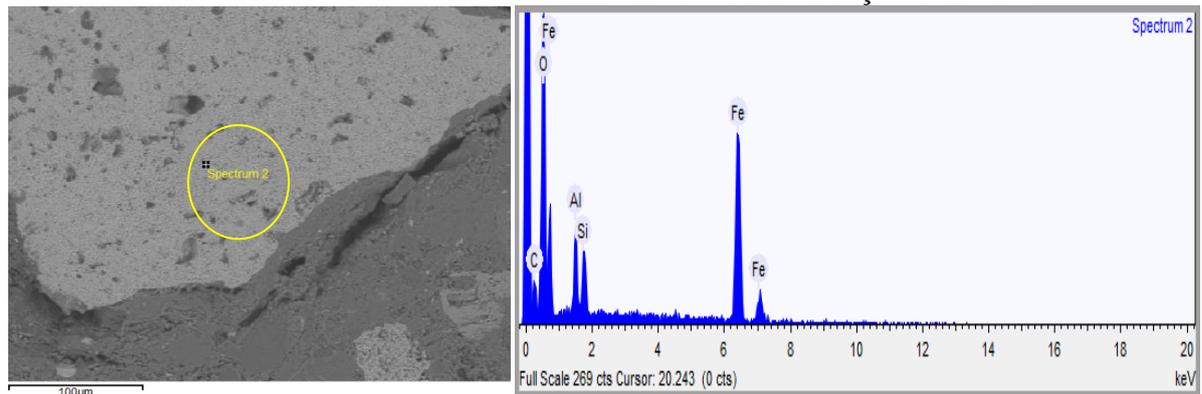
#### 4.4 ANÁLISES POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – (MEV)

Para a análise no MEV, foram selecionadas amostras das formulações FV e FVI na temperatura de 1200 °C.

Essas amostras foram selecionadas por estarem na temperatura intermediária dentre aquelas estudadas, e por estarem dentro ou próximo dos valores estabelecidos pelas normas técnicas para fabricação de cerâmicas de revestimentos em termos de absorção de água e resistência mecânica, apesar dos defeitos estruturais presentes na amostra.

A Figura 12 se refere à FV, com incorporação de 20% de lama vermelha, sem microsilica, apresentando grãos grandes e com distribuição irregular ao longo da estrutura, onde é possível observar a presença de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (parte clara) em grande concentração, devido a falhas na homogeneização da formulação, e de acordo com a análise química por energia dispersiva de raios-X (EDS), observou-se que a influência do rejeito na matriz é marcante, ficando este componente caracterizado pelos pontos claros na microestrutura. Os espectros de EDS mostram o panorama em ponto amarelo na microestrutura: o ponto é referente à composição em uma região com maior presença de Fe.

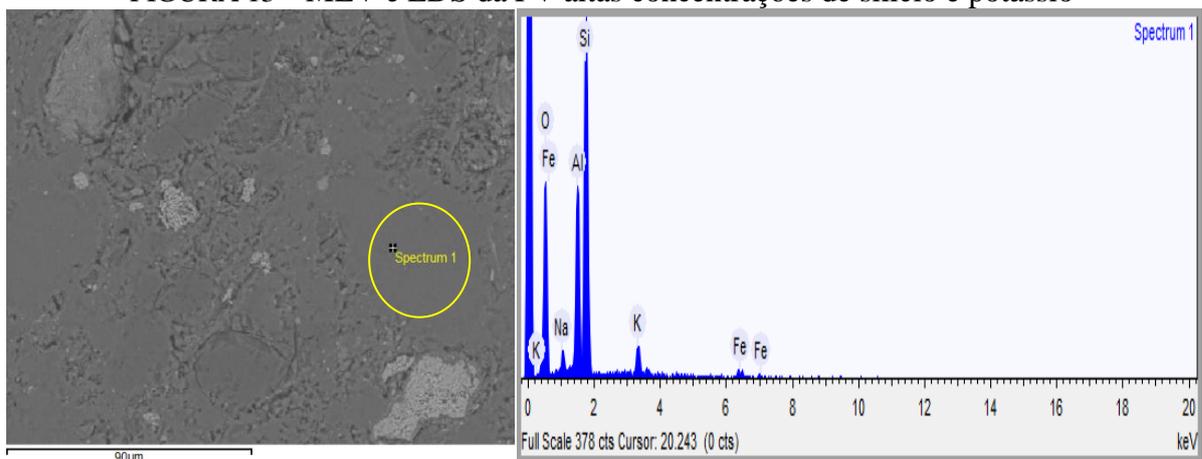
FIGURA 12 – MEV e EDS da FV com altas concentrações de ferro.



Fonte: Autor, 2013.

A Figura 13 mostra o resultado referente à parte da estrutura onde ocorreu melhor homogeneização. Foi possível constatar que, de acordo com a microanálise por EDS, ocorreu grande concentração de potássio e silício e a presença de ferro em menor teor, comparado aos outros elementos.

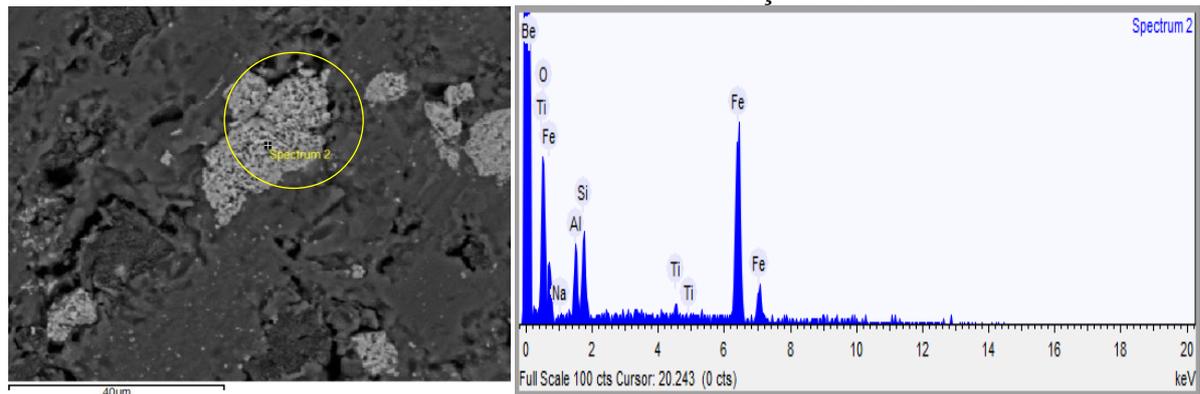
FIGURA 13 – MEV e EDS da FV altas concentrações de silício e potássio



Fonte: Autor, 2013.

A Figura. 14 se referem ao resultado da microestrutura da FVI com a mesma porcentagem de LV, mais 10% de microssilica. Foi possível concluir que a matriz apresentou os grãos de  $Fe_2O_3$  em grande concentração, evidenciando novamente as falhas na homogeneização da LV na formulação, e que sua diferença em relação à FV está no fato de sua microestrutura não mostrar a presença de titânio. Presume-se, portanto, que o titânio esteja associado a esta fase, pois um pequeno teor deste componente surgiu no espectro de EDS da Figura 14.

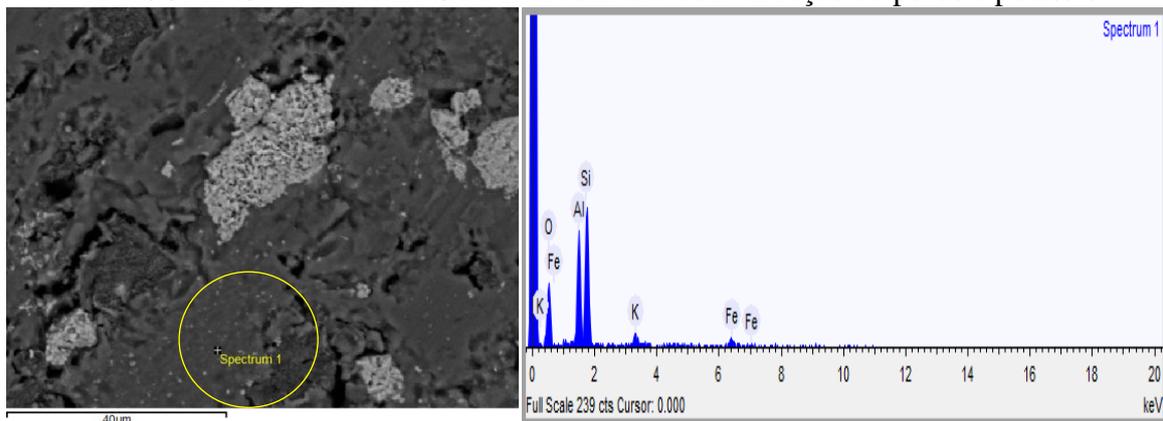
FIGURA 14 – MEV e EDS da FVI com concentração de ferro com titânio.



Fonte: Autor, 2013.

A Figura 15 referente a FVI mostra parte da microestrutura, na qual a presença de poros é bem visível. Novamente, a presença da fase clara de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  foi evidente. Falhas no processo de homogeneização, e talvez uma melhor moagem prévia dos componentes, devam ser a explicação provável para o surgimento desta fase na microestrutura da cerâmica.

FIGURA 15 – MEV e EDS da FVI com alta concentração de poros e potássio.



Fonte: Autor, 2013.

## 4.5. CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DOS CORPOS CERÂMICOS

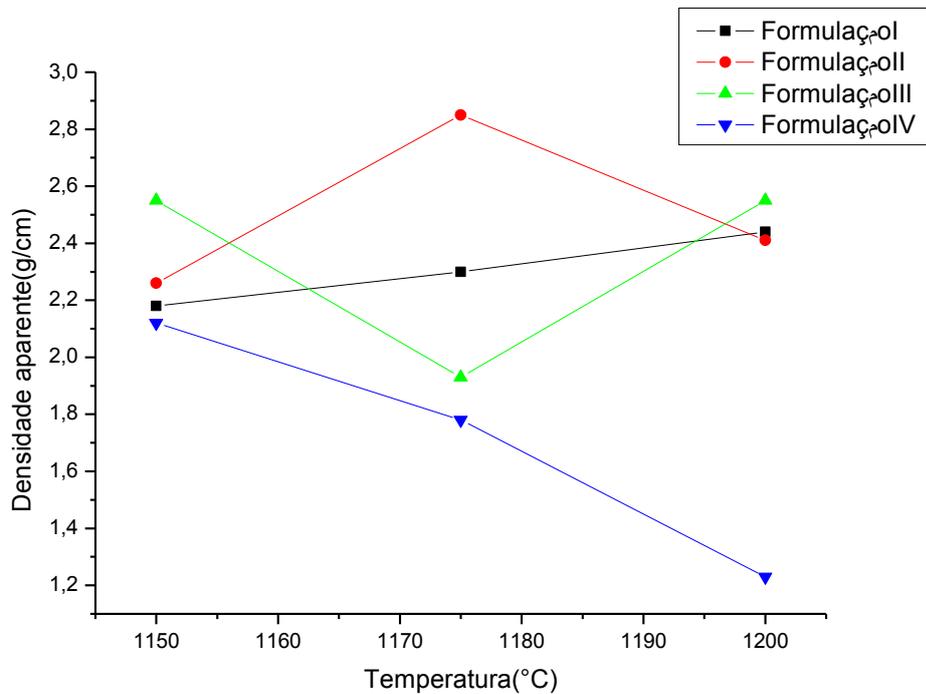
### 4.5.1 Resultados preliminares dos parâmetros tecnológicos.

Nesta etapa do trabalho, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos de acordo com os procedimentos descritos no item anterior. Serão mostrados os resultados das formulações de I a IV, como preliminares, com tempo de queima de 20 minutos, bem como as formulações V e VI, como resultados de ajuste dos parâmetros, com tempos de queima de 15 e 20 minutos.

#### 4.5.1.1 Densidade aparente

A Figura 16 se refere ao resultado da densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização.

FIGURA 16 – Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização.



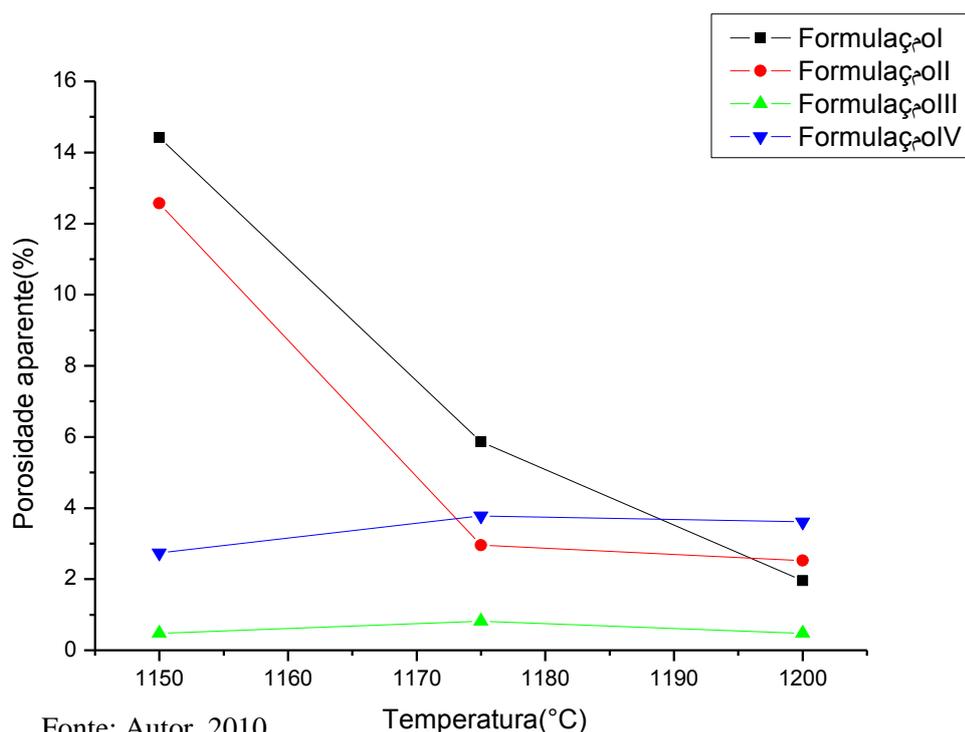
Fonte: Autor, 2010.

Pode-se observar que a densidade aparente da formulação I aumentou linearmente com a temperatura, pois durante a sinterização, as partículas compactadas do corpo de prova se fundiram formando uma estrutura mais compacta. A este fenômeno chama-se densificação. A formulação II obteve maior densidade quando sintetizada a temperatura 1175°C, havendo um decréscimo com o aumento da temperatura. Para a formulação III houve uma diminuição da densidade quando os corpos de prova foram sinterizados a 1175°C, e grande aumento a temperaturas mais altas. Na formulação IV obteve-se um decréscimo de DA devido à sobre queima do material. Todos estes resultados evidenciam o efeito da adição da lama vermelha em formulações de grês porcelanato, mostrando que pequenos teores (até 20%) apresentam comportamento mais linear no aumento da densidade, enquanto que teores mais elevados de lama vermelha podem gerar fusão excessiva em temperaturas mais elevadas, causando assim grande variação nas propriedades físicas. Contudo, de modo geral, a adição da lama vermelha foi benéfica para a densificação das cerâmicas de grês revestimento desenvolvidas neste trabalho.

#### 4.5.1.2 Porosidade aparente

A Figura 17 mostrou uma queda na porosidade aparente (PA) das amostras com o aumento de temperatura de queima. Este efeito ocorreu devido à eliminação da porosidade, pela ação dos fundentes em elevadas temperaturas.

FIGURA 17 – Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização.

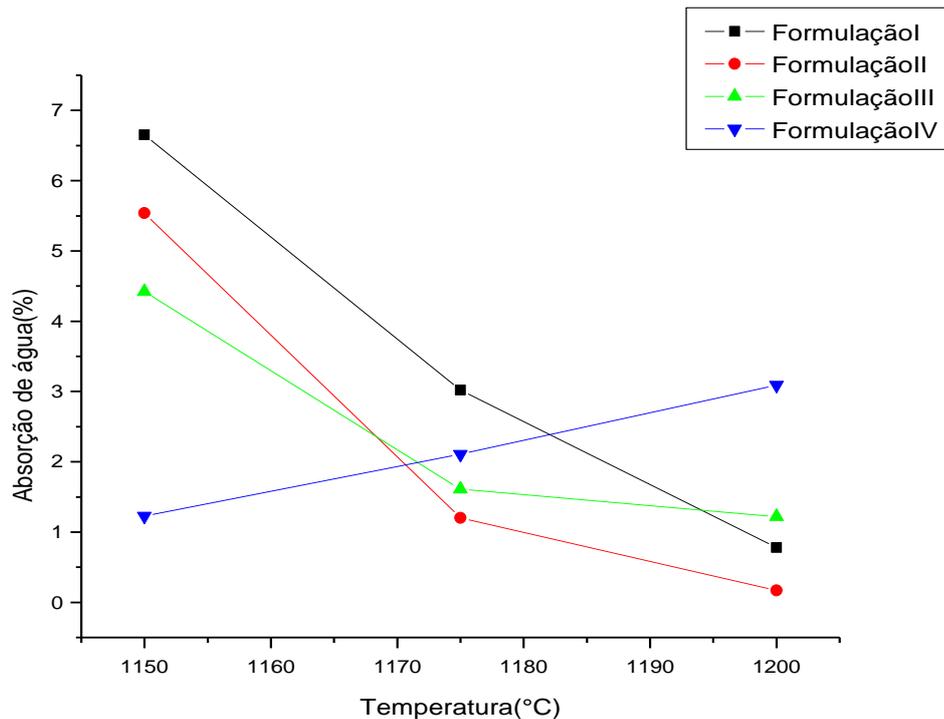


A porosidade aparente diminuiu na medida em que a temperatura aumentou, devido provavelmente ao início de formação de fase vítrea decorrente dos fundentes, em altas temperaturas nas formulações. Na formulação FIV, observou-se um pequeno aumento na porosidade após 1175°C devido a sobre queima do material. Contudo, vale ressaltar que a porosidade já apresentou valores bem reduzidos na primeira temperatura de queima, fato que mostra a eficiência da lama vermelha como fundente em formulações para cerâmicas de revestimento. Como esta formulação apresentou teor intermediário de lama vermelha (30%), este resultado pode ser explicado pelo fato de haver formação de bolhas devido à fusão de parte do fundente em elevadas temperaturas, e estas bolhas causaram o referido aumento na porosidade. Na formulação III, sem adição de feldspato, a porosidade aparente apresentou valores bem reduzidos em todas as temperaturas de sinterização, mostrando novamente a eficiência da lama vermelha como fundente.

#### 4.5.1.3 Absorção de água

A Figura 18 se refere ao resultado da absorção de água (AA) em função da temperatura de sinterização.

FIGURA 18 – Absorção de água em função da temperatura de sinterização.



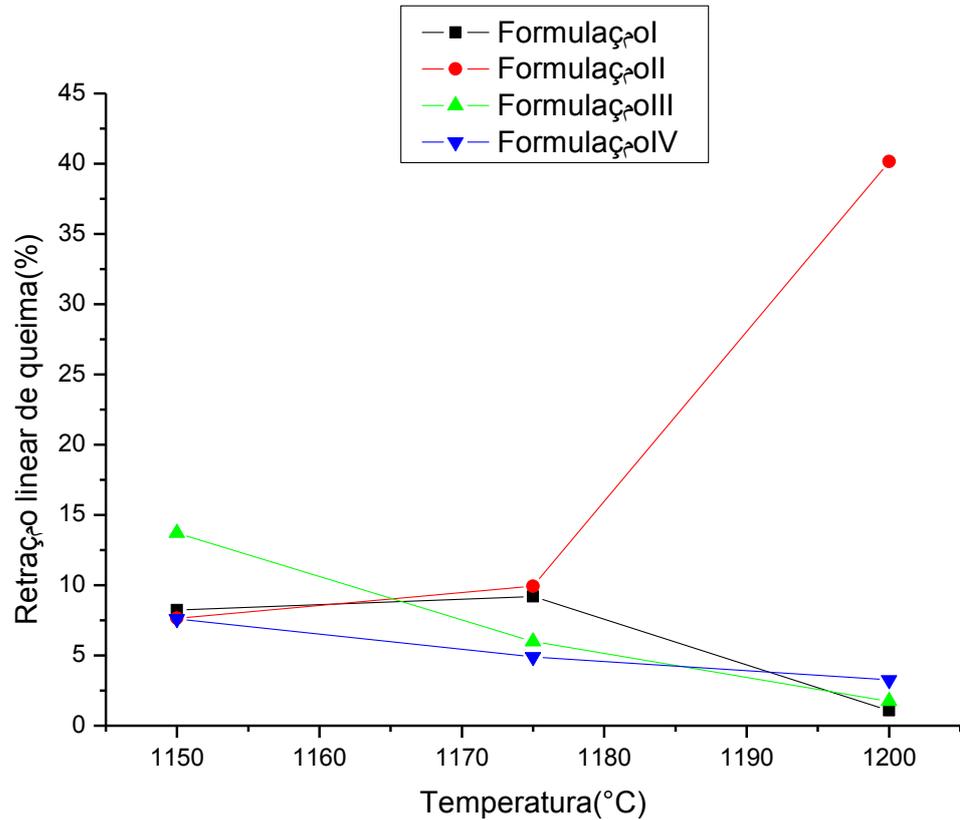
Fonte: Autor, 2010.

A absorção de água tende a diminuir quando a densificação de um material cerâmico aumenta. Isto ocorre pois a AA está diretamente ligada a PA; quanto maior a quantidade de poros no material, maior será a capacidade do mesmo de absorver água. Este comportamento foi observado na Figura 18 em que, a partir de 1175°C observou-se que o material iniciou o processo de gresificação. A 1200°C, a AA atingiu valores menores que 0,5%, fato que está de acordo com as normas para cerâmica de revestimento tipo grês porcelanato. O mesmo comportamento foi observado na formulação III, todavia na formulação IV houve um aumento acima de 1175°C devido provavelmente à sobrequeima sofrida pelos corpos de prova, provocando aumento de porosidade e consequentemente aumento de AA.

#### 4.5.1.4 Retração linear de queima

A Figura 19 mostra o comportamento da retração linear de queima (RLq) das amostras sinterizadas entre 1050°C e 1200°C.

FIGURA 19 – Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.



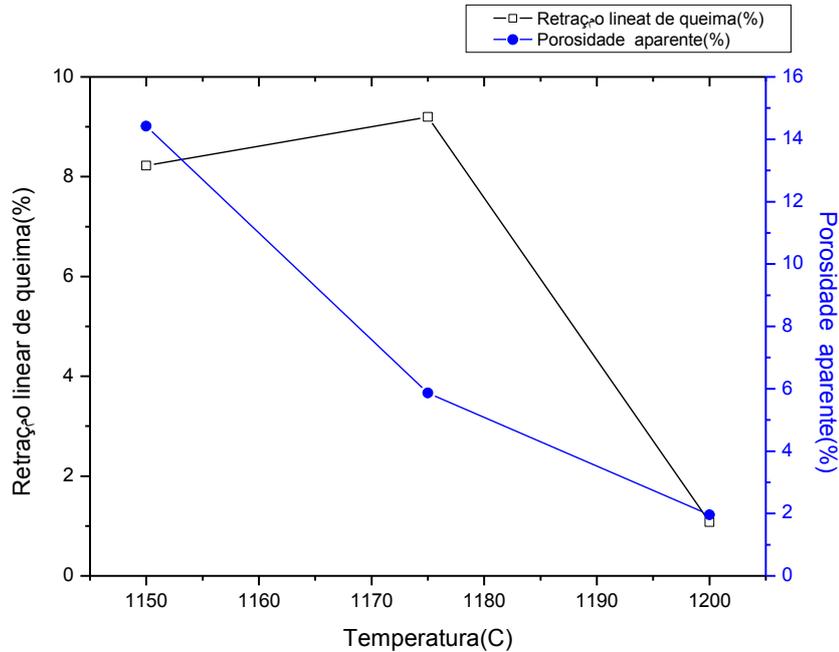
Fonte: Autor, 2010.

A retração linear aumentou com o aumento da temperatura conforme o esperado, a não ser pela formulação FII. Tal comportamento se deveu ao fato do grande teor de feldspato presente nessa formulação ter gerado grande quantidade de fase vítrea, a qual tem a tendência de se expandir com o aumento da temperatura de sinterização. Observa-se um grande aumento na RLq na FII que contém lama vermelha e feldspato, com teor de 20% cada. A grande quantidade de fundente presente nesta formulação favoreceu a densificação do material.

#### 4.5.1.5 Curvas de gresificação

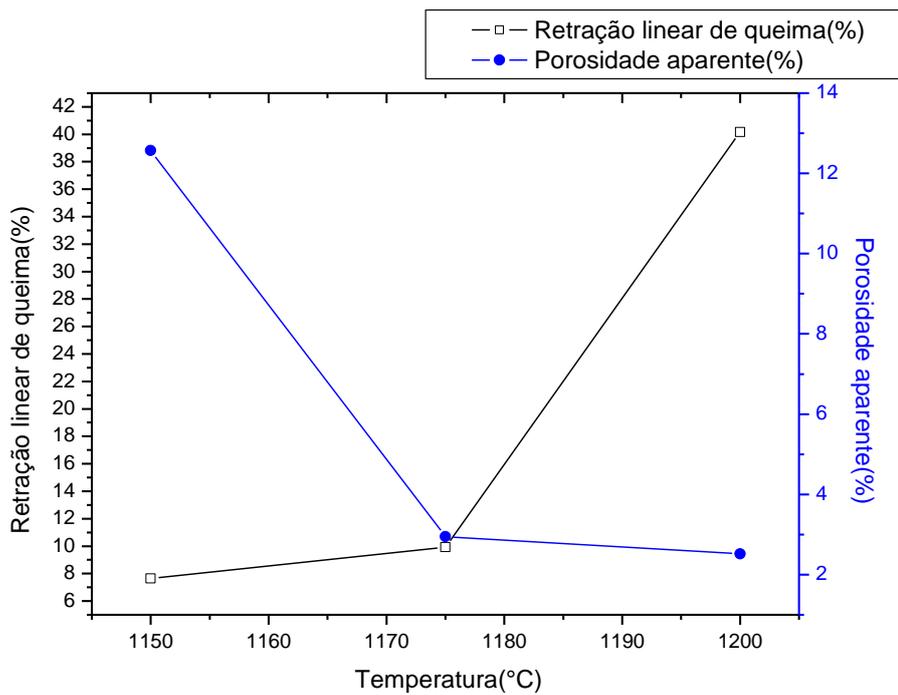
A Figura 20, 21, 22, 23 mostram os diagramas de gresificação relativo às formulações estudadas.

FIGURA 20 – Diagrama de gresificação da formulação I



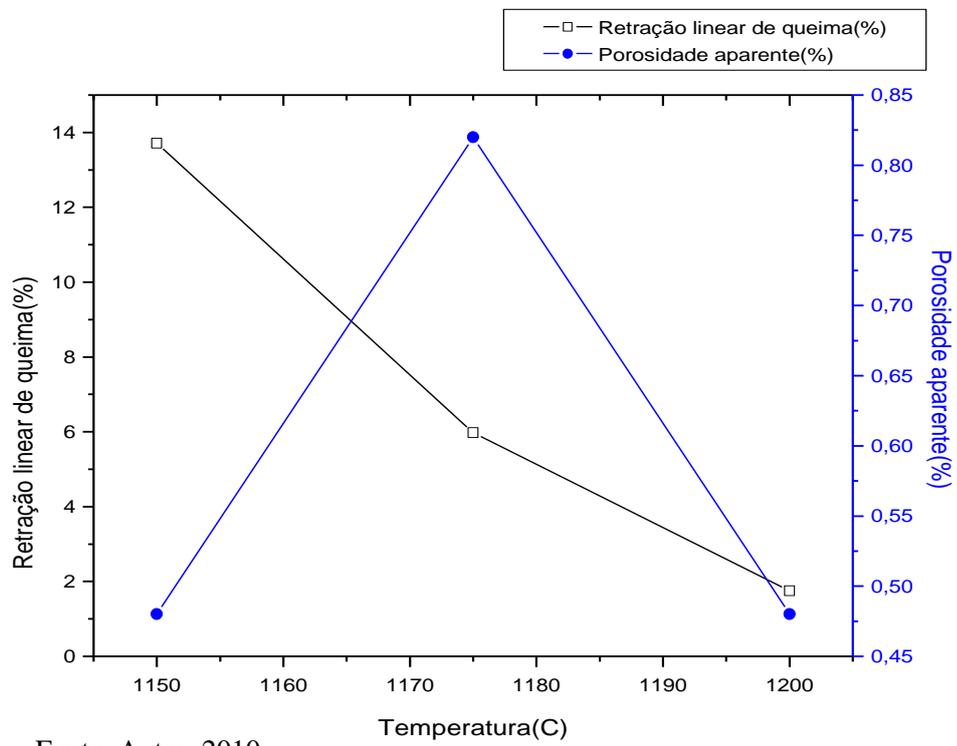
Fonte: Autor, 2010.

FIGURA 21 – Diagrama de gresificação da formulação II



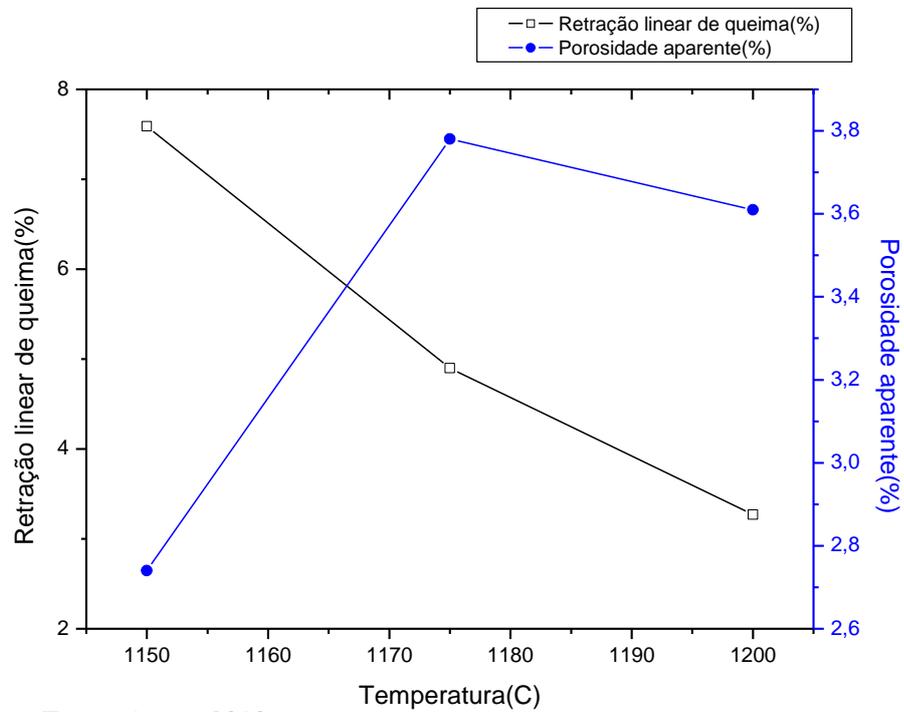
Fonte: Autor, 2010.

FIGURA 22 – Diagrama de gresificação da formulação III.



Fonte: Autor, 2010.

FIGURA 23 – Diagrama de gresificação da formulação IV.



Fonte: Autor, 2010.

A curva de gresificação é traçada a partir de dados de retração linear de queima e porosidade aparente, após o processo de sinterização, simultaneamente em um mesmo gráfico. Pode-se usar a curva de gresificação para determinar a tolerância da massa cerâmica a variações de temperaturas e condições de processamento. Observa-se que o cruzamento das curvas ocorre em cerca de 1150C, 1165°C, 1175°C e 1198°C para as formulações I a IV, respectivamente, demonstrando que a partir deste ponto, as propriedades físicas alcançam níveis interessantes para fabricação de materiais cerâmicos de revestimento com boa qualidade estando dentro das exigências.

#### 4.5.1.6 Módulo de ruptura a flexão (MRF)

O módulo de ruptura à flexão expressa a resistência mecânica das amostras sinterizadas. A Tabela 5 representa os resultados obtidos a partir das formulações propostas.

TABELA 5 – Resultados de módulo de ruptura à flexão (MRF) das amostras sinterizadas.

<b>FORMULAÇÃO</b>	<b>MRF (MPa)</b>		
	<b>1150°C</b>	<b>1175°C</b>	<b>1200°C</b>
<b>FI</b>	<b>10,33</b>	<b>11,19</b>	<b>11,38</b>
<b>FII</b>	<b>9,99</b>	<b>11,89</b>	<b>13,62</b>
<b>FIII</b>	<b>14,5</b>	*	*
<b>FIV</b>	*	*	*

\*Sobrequeima

Os resultados de MRF mostraram que as formulações I e II apresentaram aumento significativo da resistência mecânica com aumento da temperatura de sinterização, e que a formulação III na temperatura de 1150°C apresentou o maior nível de resistência mecânica entre as cerâmicas estudadas. Contudo, nas formulações III, acima de 1175 °C e F IV em todas as temperaturas estudadas houve sobrequeima, com inchamento das peças, o que inviabilizou a avaliação da resistência mecânica por flexão em três pontos. Neste caso, temperaturas mais baixas devem ser avaliadas.

#### 4.5.2 Resultados de ajuste de parâmetros das formulações anteriores

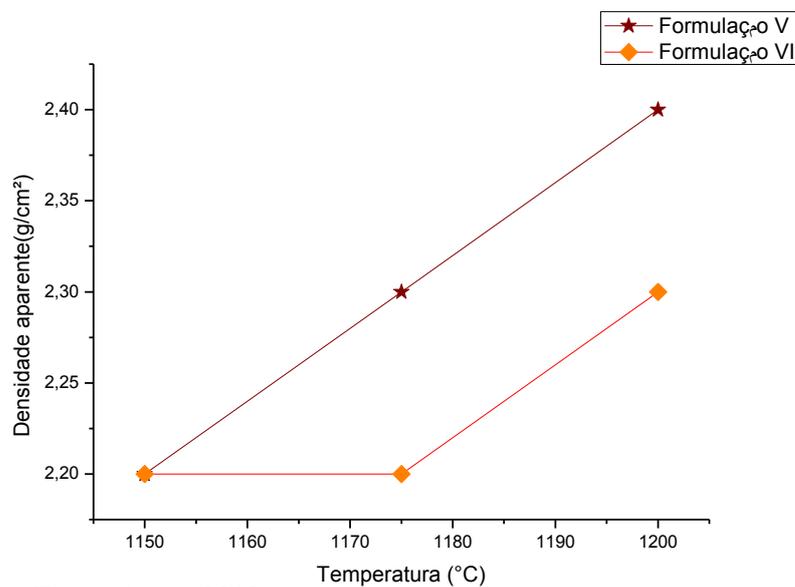
Os resultados mostrados a seguir se referem às caracterizações tecnológicas dos corpos cerâmicos das formulações V e VI, nos tempos de queima de 15 e 20 minutos, em que algumas formulações mostraram comportamentos bem parecidos de algumas formulações anteriores.

Serão apresentados primeiro os resultados com tempo de queima de 20 minutos que tem o mesmo tempo de queima das formulações anteriores. Em seguida, os resultados com tempo de sinterização de 15 minutos serão apresentados.

##### 4.5.2.1 Resultados com tempo de sinterização de 20 min.

###### 4.5.2.1.1 Densidade aparente

FIGURA 24 – Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização.

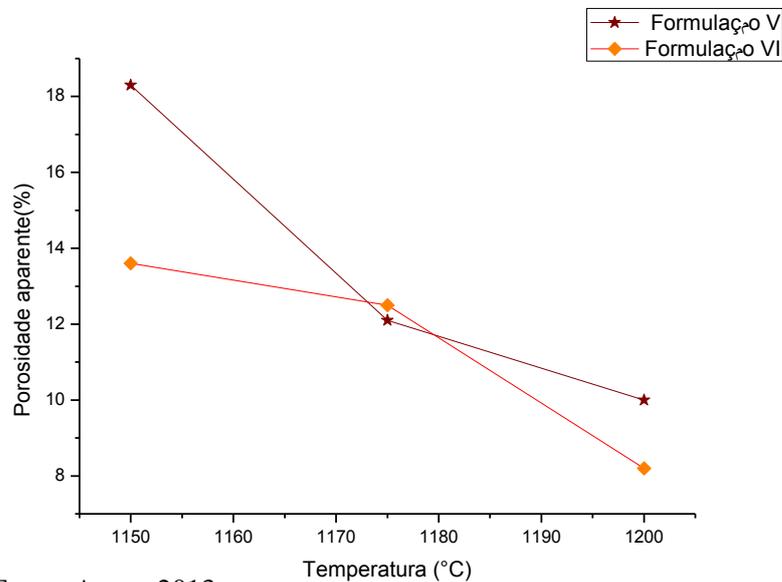


Fonte: Autor, 2013.

Pode-se observar na formulação FV uma ótima densificação, apresentando comportamento bem próximo à formulação FI, a qual foi usada como a formulação padrão para este trabalho. Houve melhor fusão das partículas, formando uma estrutura bem compacta com o aumento linear da densidade com o aumento da temperatura. Na formulação F VI a densidade ficou constante e a partir de 1175°C ocorreu um aumento linear também.

#### 4.5.2.1.2 Porosidade aparente

FIGURA 25 – Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização.

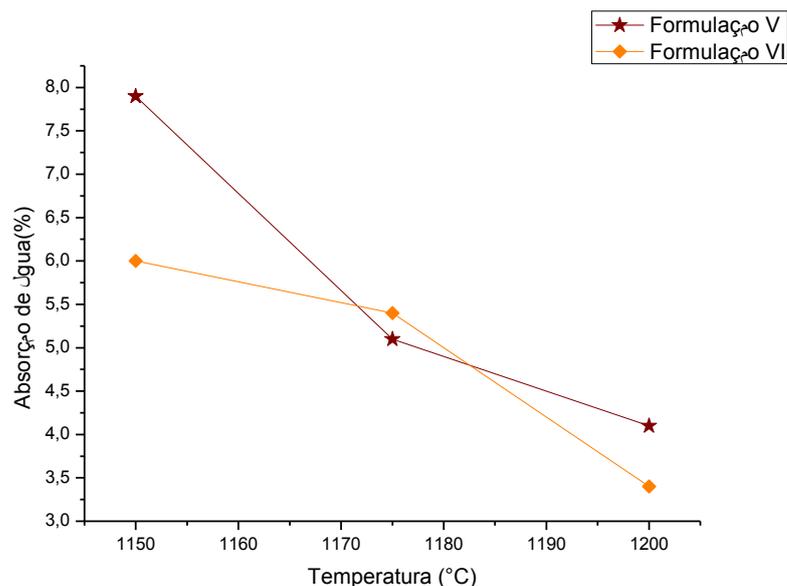


Fonte: Autor, 2013.

A porosidade aparente nas duas formulações diminuiu à medida que a temperatura aumentou. Na formulação F VI, que apresentou uma porcentagem menor de argila e caulim em comparação a formulação F V, nota-se uma queda bastante significativa a partir de 1175°C, isso também devido a uma maior quantidade de componentes fundentes, que nestas formulações estão presentes, notadamente filito e microsilica.

#### 4.5.2.1.3 Absorção de água

FIGURA 26 – Absorção de água em função da temperatura de sinterização.

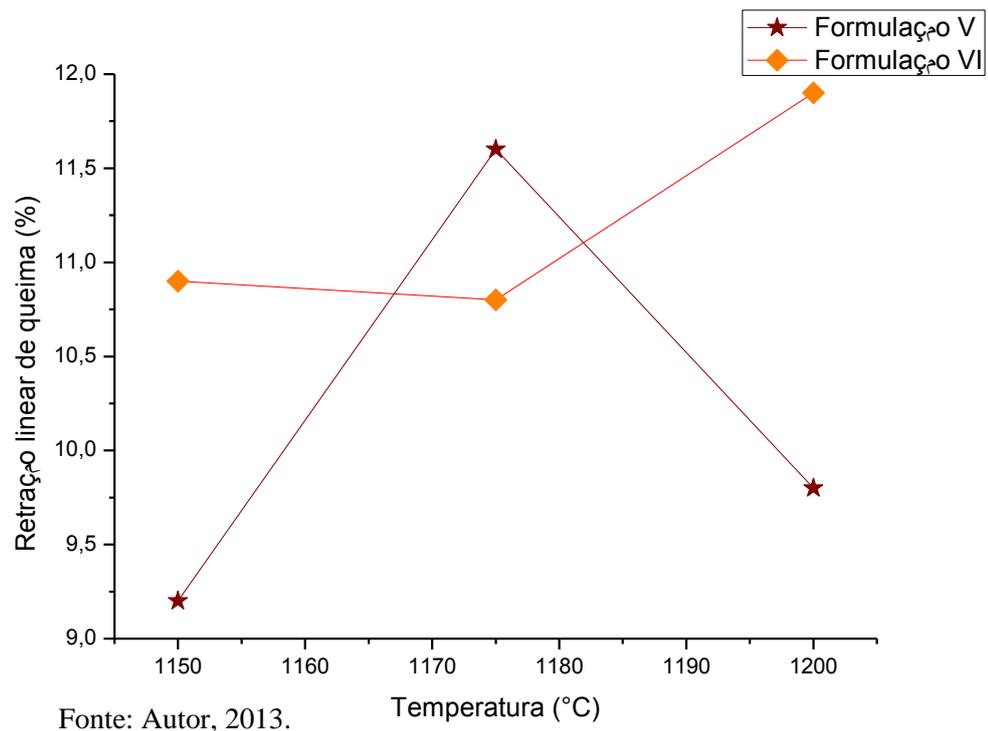


Fonte: Autor, 2013.

A absorção está diretamente ligada a densidade e porosidade que nestas formulações apresentaram uma quantidade significativa de fundentes, assim tornando o material bastante vítreo, e desta forma diminuindo a absorção do material à medida que a temperatura de sinterização aumentou.

#### 4.5.2.1.4 Retração linear de queima

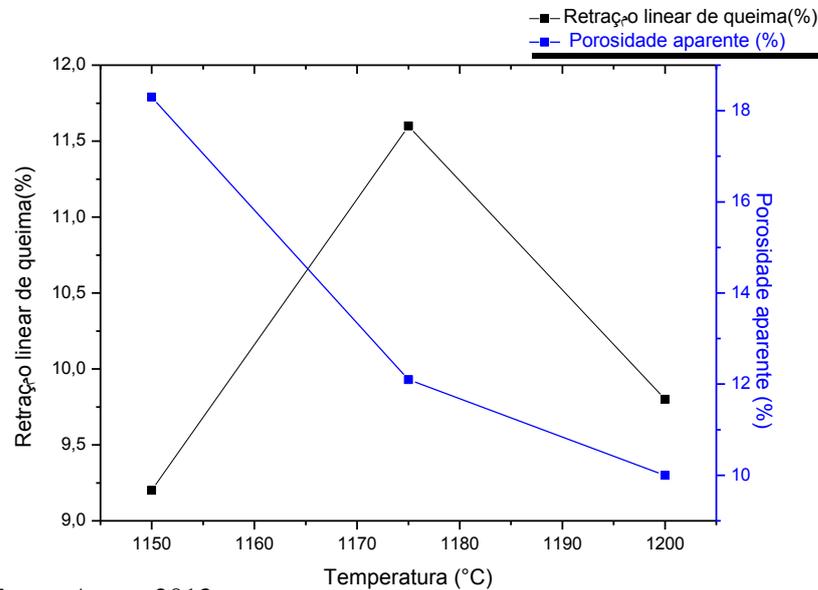
FIGURA 27 – Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.



A retração linear apresentou aumento na formulação V até 1175°C, e a partir desta temperatura diminuiu mostrando um resultado bem diferente dos demais, o qual ocorreu provavelmente pelo fato de o material apresentar um teor maior de fase vítrea. Na formulação VI ocorreu aumento, conforme esperado, pois em sua composição existe a microssilica, que auxilia bastante na densificação.

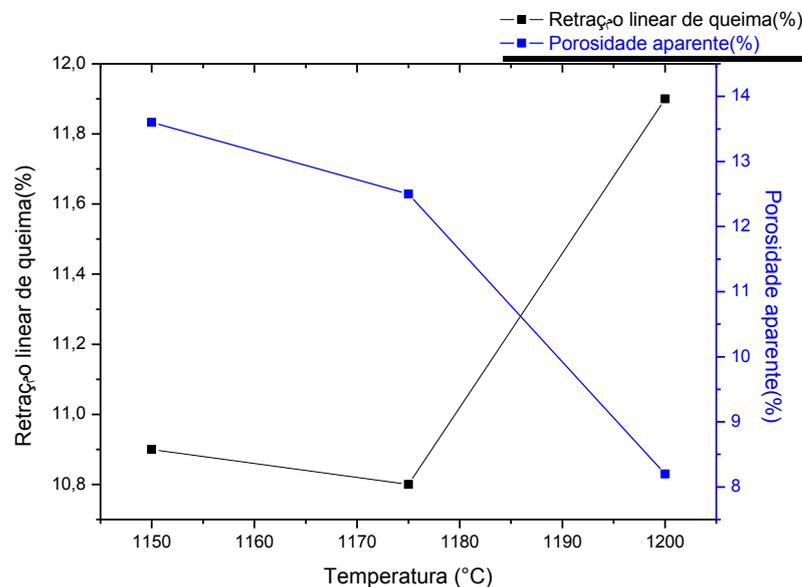
#### 4.5.2.1.5 Curvas de gresificação

FIGURA 28 – Diagrama de gresificação da formulação V com 20 min. de queima.



Fonte: Autor, 2013.

FIGURA 29 – Diagrama de gresificação da formulação VI com 20 min. de queima.



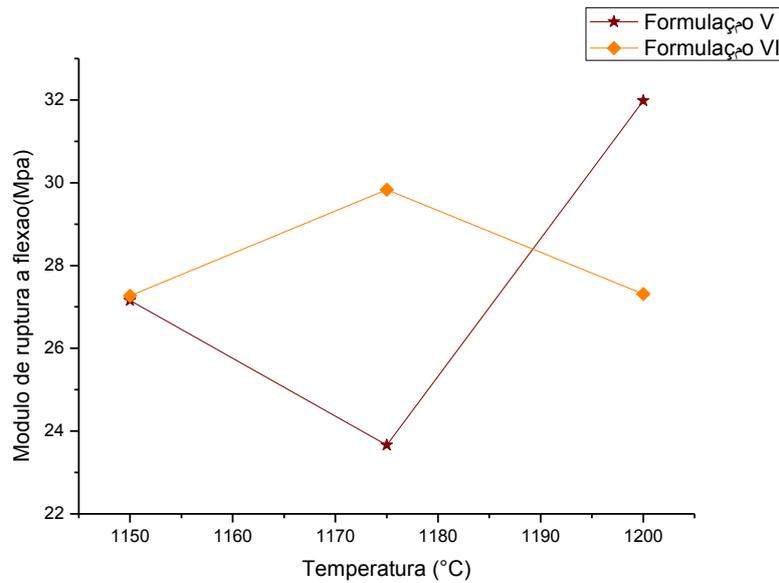
Fonte: Autor, 2013.

A curva de gresificação da formulação V tem seu ponto de cruzamento na temperatura de 1165°C, o que na formulação VI ocorreu a 1187°C, evidenciando o início da temperatura ideal de queima em um tempo de 20 minutos. Segundo Fábio G. Melchades, Eduardo Quinteiro e Anselmo O. Boschi, 1996<sup>[38]</sup> para massas das formulações sob essas condições de processamento e queima, a variação dimensional é compatível com as exigências para

cerâmica de revestimento, mostrando desta forma que se trata de um material com características adequadas.

#### 4.5.2.1.6 Módulo de ruptura a flexão.

FIGURA 30 – Módulo de ruptura à flexão



Fonte: Autor, 2013.

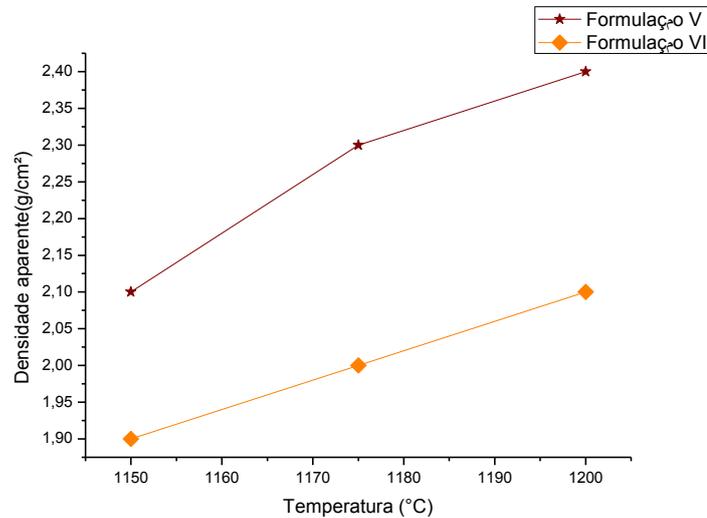
A resistência à flexão do material diminuiu até a temperatura 1175 °C na formulação FV e a partir desta temperatura aumentou, esse fato ocorre devido à densificação do material o qual apresenta uma maior quantidade de argila e caulim em sua composição e pelo efeito de vidrificação promovido pelos fundentes presentes nas formulações a partir de 1175 °C a formulação FV tem um aumento na sua resistência comportamento o qual a formulação FVI foi inversa e o que se esperava era que essa resistência fosse maior devido a presença da microssilica, material que não temos na formulação FV.

#### 4.5.2.2 Resultados com tempo de sinterização de 15 minutos

Os resultados obtidos com tempo de queima de 15 minutos apresentaram comportamentos bem diferentes comparados aos resultados com tempo de queima de 20 minutos, mostrando que o tempo realmente influencia e que para materiais cerâmicos de revestimentos o tempo a partir de 20 minutos são apropriados. Assim adquirindo características de acordo com a norma deste material cerâmico de revestimento e esses resultados com tempo de queima de 15 minutos serão mostrados abaixo.

#### 4.5.2.2.1 Densidade aparente

FIGURA 31 – Densidade aparente (DA) em função da temperatura de sinterização.

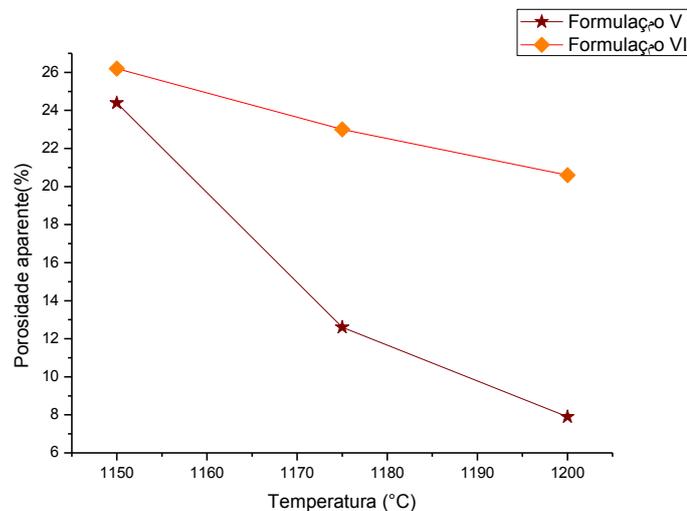


Fonte: Autor, 2013.

Pode-se observar no gráfico acima que a formulação FV mostra um aumento na densidade mais que a partir de 1175°C tem um comportamento diferente do que foi apresentado na mesma formulação com tempo de queima de 20 minutos onde foi linear. Já na formulação FVI apresentou um comportamento linear onde com 20 minutos aumentou somente a partir de 1175°C portanto o tempo de queima influencia bastante nas propriedades do material mostrando que o tempo de queima a partir de 20 minutos é mais viável para fabricação de materiais cerâmicos de revestimento.

#### 4.5.2.2.2 Porosidade aparente

FIGURA 32 – Porosidade aparente (PA) em função da temperatura de sinterização.

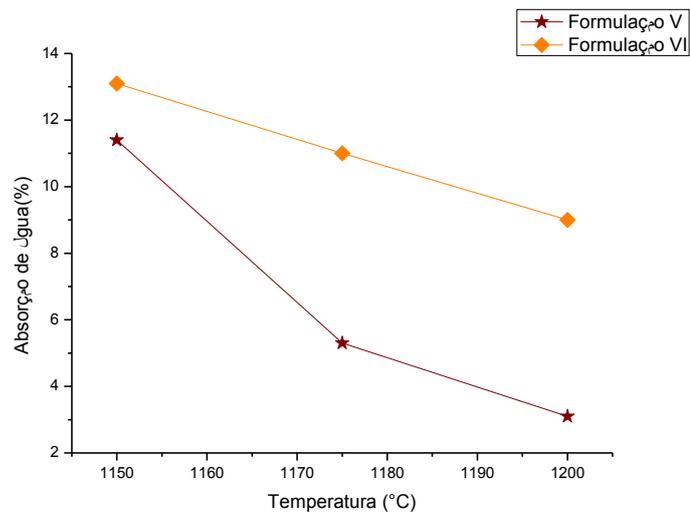


Fonte: Autor, 2013.

Observou-se na formulação FV e FVI que a porosidade aparente diminuiu à medida que a temperatura aumentou. Porém na formulação FVI a porosidade diminuiu quase que linearmente e mostrou um comportamento completamente diferente dos que foram apresentados com tempo de queima de 20 minutos.

#### 4.5.2.2.3 Absorção de água

FIGURA 33 – Absorção de água em função da temperatura de sinterização.

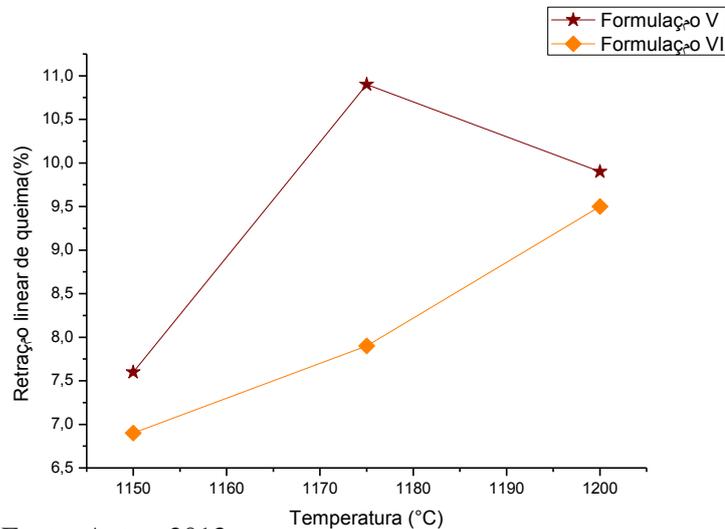


Fonte: Autor, 2013.

No gráfico da absorção de água ilustrado na Figura 33 verificou-se uma diminuição à medida que a temperatura aumentou nas duas formulações mais com comportamentos bem diferentes das mesmas formulações com tempo de queima de 20 minutos onde mostras que realmente o tempo de queima de 15 minutos de queimas nas temperaturas de 1150° C – 1200 °C não são boas para estes materiais de revestimentos.

#### 4.5.2.2.4 Retração linear de queima

FIGURA 34 – Retração linear de queima (RLq) em função da temperatura de sinterização.

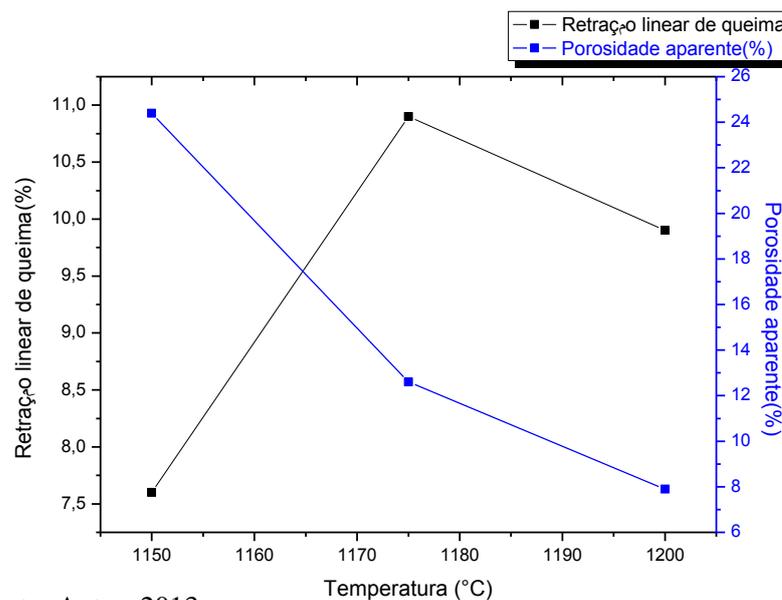


Fonte: Autor, 2013.

A retração linear na formulação FV apresenta um comportamento bem parecido com tempo de queima de 20 minutos já a formulação FVI apresenta um aumento quase que linear isso devido à presença de microssilica e fundentes como filito e a própria lama vermelha que faz com que o material apresente uma fase vítrea bem alta.

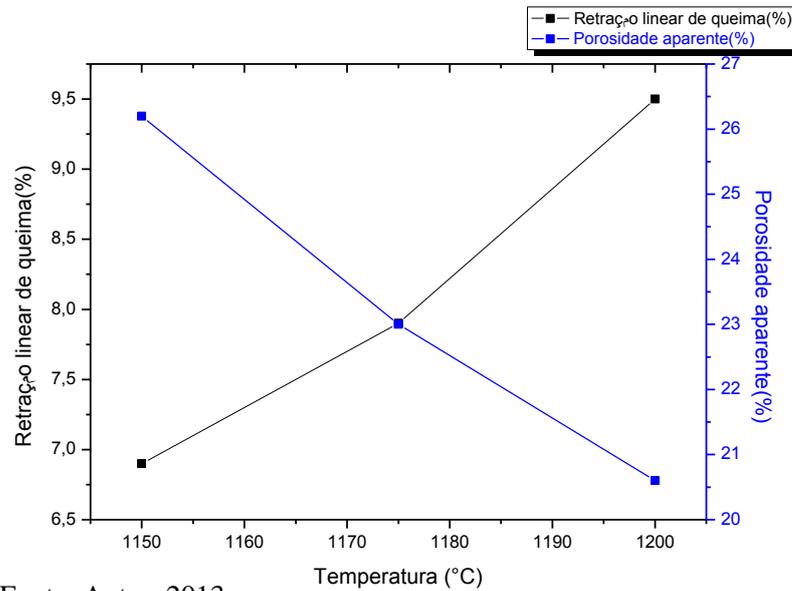
#### 4.5.2.2.5 Curvas de gresificação

FIGURA 35 – Diagrama de gresificação da formulação V com 15 min. de queima.



Fonte: Autor, 2013.

FIGURA 36 – Diagrama de gresificação da formulação VI com 15 min. de queima.

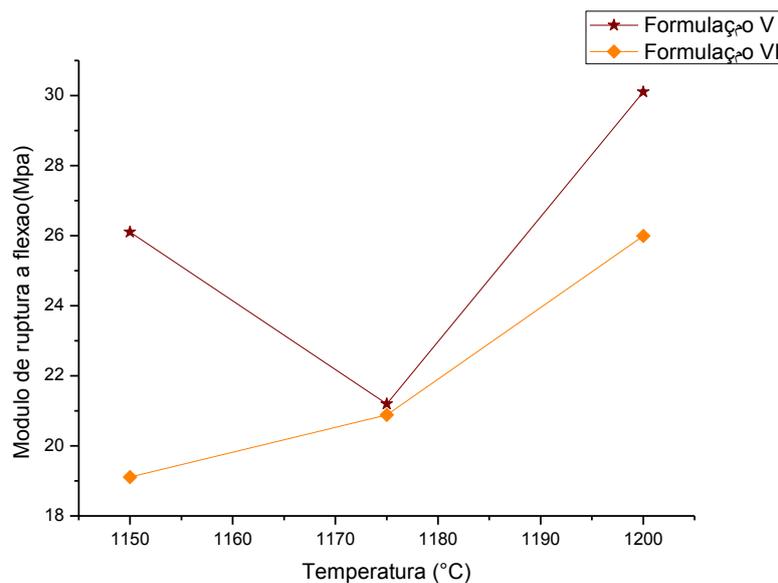


Fonte: Autor, 2013.

Pode-se visualizar o comportamento de gresificação da formulação em que o ponto ótimo da formulação FV ocorreu na temperatura de 1165°C e que o cruzamento da formulação FVI ocorreu em torno de 1175°C com tempo de queima de 15 minutos, porém com tempo de queima de 20 minutos apresenta propriedades mais apropriadas para o material cerâmico estudo neste trabalho.

#### 4.5.2.2.6 Módulo de ruptura a flexão

FIGURA 37 – Módulo de ruptura á flexão



Fonte: Autor, 2013.

A resistência à flexão do material apresentou na formulação FV uma diminuição até 1175°C e a partir desta temperatura aumenta sua resistência, comportamento bem parecido com os da mesma formulação com tempo de queima de 20 minutos onde na formulação FVI tem um comportamento bem diferente do que tivemos com tempo de queima de 20 minutos que apresentou um aumento e a partir de 1175 °C uma queda já no gráfico acima com tempo de queima de 15 minutos tivemos um aumento.

## 5 CONCLUSÃO

A adição de lama vermelha em formulações para produção cerâmico de revestimento mostrou ser uma alternativa interessante para a reutilização deste rejeito industrial. Os testes realizados mostraram que teores da ordem de 20%, 30% e 40% de lama vermelha, em associação com argila, feldspato microssilica, filito e caulim, para fabricação de cerâmicas de revestimentos, mantêm as propriedades físico-mecânicas das amostras. A densificação aumentou na medida em que a temperatura de sinterização foi aumentada, devido à fusão dos componentes fluxantes (feldspato e lama vermelha, filito), que formam fase líquida em elevada temperatura, a qual preenche a porosidade do material com ajuda da microssilica, assim tornando o material vítreo, aumentando sua densidade e retração linear, e diminuindo sua porosidade aparente. Já a resistência à flexão mostrou bons resultados na formulação III a 1150 °C a qual não teve adição de feldspato; e nas formulações FV e FVI, nas três temperaturas e nos tempos de queima de 15 e 20 minutos suas resistências mecânicas foram maiores que o observado na formulação FIII, isso devido à adição do filito e da microssilica em suas composições. A absorção de água atingiu níveis em torno de 0,5% a 1200 °C, o que está de acordo com a norma técnica para cerâmica de revestimento com perfil de grês porcelanato.

No resultado das formulações levando em consideração o tempo de queima de 20 minutos foi mais viável que 15 minutos, pois todas as caracterizações de 20 minutos foram boas. Portanto o tempo influencia muito então é viável fazer essas queimas com tempo queima a partir de 20 minutos.

### 5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Substituir a microssilica por cinza de casca de arroz para se avaliar o possível melhora de resistência mecânica e propriedades físicas.
- ✓ Testar outros rejeitos industriais em substituição ao feldspato, com ação fundente.
- ✓ Realizar ensaios de análise térmica para se conhecer melhor os fenômenos físico-químicos que ocorrem na microestrutura das cerâmicas.
- ✓ Realizar o processo de fabricação dos corpos e prova dentro dos padrões exigidos pela norma para fabricação de cerâmica de revestimento.

## 6 REFERÊNCIAS

- [1] CORPO TÉCNICO DA CERÂMICA PORTO FERREIRA. Análise Crítica das normas técnicas de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 1, p. 7-21, jan/fev, 2000.
- [2] Adriano, Marcio Prante; Franco, Mateus Sausen - **revestimentos cerâmicos** – 2012. F 14. Trabalho de conclusão de curso (graduação em engenharia civil) universidade regional do noroeste do estado do Rio Grande do Sul, disponível em: [www.trabalhofeito.com](http://www.trabalhofeito.com) acessado em: 07/12/2012.
- [3] INMETRO – revestimento cerâmico (piso e azulejos) – **ensaios realizados** – disponível em: <<http://www.inmetro.gov/consumidor/produtos/revestimentos.aplicação>> acessado em 03/12/2012.
- [4] HILDEBRANDO, E. A. Aplicação do rejeito do processo Bayer (Lama Vermelha) como matéria prima na indústria de cerâmica estrutural. Belém, 1998. **Dissertação** (Mestrado) apresentada ao Programa de Mestrado em Engenharia Química da UFPA.
- [5] BERTAN, F. M.; MONTEDO. O. R. K.; FLORIANO, F. J.; PICCOLI, R. Reaproveitamento de resíduo da indústria siderúrgica na fabricação de cerâmica vermelha. In: **Anais do 510 Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Salvador, 2007.
- [6] PONTIKES, Y.; NIKOLOPOULOS, P.; ANGELOPOULOS, G.N. Thermal behaviour of clay mixtures with bauxite residue for the production of heavy clay ceramics. *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007) 1645– 1649.
- [7] Hildebrando, E. Souza, J. A. S.; Neves, R. F. INFLUÊNCIA DO TIPO DE ARGILA NAS PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE CORPOS CERÂMICOS OBTIDOS COM LAMA VERMELHA DO PROCESSO BAYER. In.: **Anais do 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- [8] HECK, C. Grês Porcelanato. **Cerâmica Industrial**, V. 01, N.04/05, 1996.

- [9] LUZ, A.P. I; RIBEIRO, S. Uso de pó de vidro como fundente para produção de grês porcelanato. *Revista Matéria*, v. 13, n. 1, p. 96 – 103, 2008
- [10] NBR 13816: Placas Cerâmicas para Revestimento - **Terminologia** – (Abril/1997).
- [11] BOSCHI, A. O. Uma análise crítica do setor de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 2, p. 8-13, mar/abr, 2002.
- [12] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C-973-88. Water Absorption.
- [13] INTERNATIONAL STANDARD FOR ORGANIZATION. ISO 10545 – Parte 3. Ensaio de absorção de água.
- [14] BARBOSA JR, J. C. **Controle da distribuição de tamanho de partículas cerâmicas no processamento de pavimentos gresificados**. Florianópolis, 1997. 185 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Setor de Tecnologia. Universidade Federal de Santa Catarina.
- [15] ABNT – **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, Placas Cerâmicas para Revestimento – Especificações e Métodos de Ensaios, NBR-13.818, 1997.
- [16] VAN VLACK, L. H. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo: Edgard Blucher, 1973.
- [17] LABORATÓRIO DE ANÁLISE DE MINERAIS E ROCHAS. **Análises de Argilas**. Disponível em <http://www.lamir.ufpr.br/analiseargilas.htm> Acesso em 23 fev. 2004.
- [19] CAULIM IMERYS PIGMENTOS PARA PAPEIS disponível em: <HTTP:<www.imerysnopara.com.br/caulim/caulim.htm>> Acesso em 7 de dez. 2012.
- [20] SANTOS, P. S. **Tecnologia de Argilas**: aplicada às argilas brasileiras. São Paulo: Universidade de São Paulo, 1975. v. 2: Aplicações.

- [21] RIELLA, H. G.; FRANJNDLICH, E. U. de C.; DURAZZO, M. Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 3, p. 33-36, mai/jun, 2002.
- [22] PIANARO, S. A. et al. Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grês porcelanato. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 9, n.1, p. 33-38, jan/fev, 2004.
- [23] CHATTERJEE, A. et al. Efeito da razão entre o feldspato sódico e potássico no desenvolvimento de fases e microestrutura de porcelanatos queimados. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 6, n.1, p. 23-26, set/out, 2001.
- [24] VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. Tradução: Luiz Paulo Camargo Ferrão. São Paulo: Edgard Blucher, 1970.
- [25] B. Myhre, The effect of particle-size distribution on flow of refractory castables, The American Ceramic Society 30<sup>th</sup> Annual Refractories Symposium, St. Louis, Missouri (1994) 3-7.
- [26] A. Hundere, B. Myhre, On the influence of superfines in high alumina castables, XXXIX International Colloquium on Refractories, Aachen, Germany (1996) 2-7.
- [27] A. Neville, Concrete Technology, Longman Scientific and Technical, revised reprint (1990) Chapter 17 and 19.
- [28] REESE, K. M., CUNDIFF, W. H. "In Aluminum production the first stage is Alumina", Industrial and Engineering Chemistry. v. 47. n. 9, pp. 1672-1680, 1955.
- [29] NUNN, R. F., "Advances in red mud dewatering and disposal technologies", The Minerals, Metals & Materials Society, 1998.
- [30] OLIVEIRA, A. P. N. Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 5, n, 6, p. 37-47, nov/dez, 2000.
- [31] BRISTOT, V. M. **Máquinas e equipamentos para cerâmica**. Criciúma: Luana, 1996.

[32] NEGRE, F.; SANCHEZ, E. Avanços no processamento de pós-atomizados para a fabricação de revestimentos cerâmicos. **Revista Cerâmica Industrial**, v. 3, n. ½ jan./abril 1998.

[33] NAVARRO, J. E.; ALBARO, J. L. A.; FUSTER, M. M. **Tecnologia cerâmica**. Valencia: Instituto de Química Técnica Universidad de Valencia, [s.n.]. V.2: Pastas cerâmicas.

[34] RIBEIRO, M.J.; VENTURA, J. M.; LABRINCHA, J. A. A atomização como processo de obtenção de pós para a indústria cerâmica. **Revista Cerâmica Industrial**, v.6, n.5, set/out, 2001.

[35] GRUPPO EDITORIALE FAENZA EDITRICE. **Tecnologia ceramica Le piastrelle**. Cap. 8: Produzione.

[36] RICHERSON, D.W. **Modern ceramic engineering**. Marcel Dekker, inc. New York, 1982.

[37] SILVA, A. G. P.; ALVES, C. J. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Revista Cerâmica**, v.44, n.290, p. 225-232, nov/dez, 1998.

[38] FÁBIO G. MELCHIADES, EDUARDO QUINTEIRO E ANSELMO O. BOSCHI – **A Curva de Gresificação: Parte I** - cerâmica industrial. São Paulo, 1996. 31f. Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais,

[39] A ANFACER – **Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica**, 1.INTRODUÇÃO. As primeiras cerâmicas para revestimento – disponível em [www.pipe.ufpr.br/portal/defesas/dissertacao/075.pdf](http://www.pipe.ufpr.br/portal/defesas/dissertacao/075.pdf) acessado em 16/03/13