



ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE FASE VÍTREA EM ARGILA VERMELHA COM PÓ DE VIDRO INCORPORADO USANDO MICROSCOPIA ÓPTICA

S. R. Teixeira, G. T. A. Santos, A. E. Souza, F. B. Costa, M. A. L. Nobre, P. Aléssio

Rua Roberto Simonsen, 305, 19080-060 Presidente Prudente – SP, C. Postal 467
Depto. de Física, Química e Biologia, Faculdade de Ciência e Tecnologia – FCT
Universidade Estadual Paulista – UNESP
rainho@fct.unesp.br

A distribuição de fase vítrea ao longo da microestrutura de corpos de prova (CP) de cerâmica vermelha contendo pó de vidro foi analisada por microscopia óptica. Os CP consistindo de massa cerâmica utilizada para produção de telhas contendo 10% em peso de vidro moído tipo “sodalime” foram queimados a 900, 1000, 1100 e 1200 °C em um forno tipo mufla, cortados e sua seção transversal polida. CP queimado em 1000 °C exibe regiões com formação de fase vítrea. A fase vítrea forma-se de forma extensiva a partir de 1100 °C indicando molhabilidade e difusividade da fase líquida na amostra. Em 1200 °C a amostra torna-se escura sugerindo reação com componentes da massa. Em função da adição do vidro, aumento da resistência mecânica e diminuição do grau de absorção de água foram observados. A interação química da fase vítrea com minerais da massa cerâmica é discutida.

Palavras-chave: vidro, telha, cerâmica vermelha, resíduo.

INTRODUÇÃO

A região de Presidente Prudente, sudoeste do Estado de São Paulo, é uma importante produtora de materiais cerâmicos, tais como: blocos estruturais e de vedação, tijolos maciços, telhas e lajotas para lajes.

A cerâmica vermelha é uma alternativa muito promissora para a incorporação de resíduos devido à disseminação de olarias e cerâmicas em todas as regiões do país e, além disso, ela utiliza uma variedade grande de matérias-primas. A incorporação de resíduos em quantidades controladas pode proporcionar uma economia dessas



matérias-primas além de aproveitar esse material que, em geral, é descartado no ambiente.

Os vidros consumidos pelo público em geral, na forma de recipientes, são relativamente inertes e, portanto, não são biodegradáveis. Em 2001 foram produzidas no Brasil 2,065 milhões de toneladas de vidro, sendo, aproximadamente 43% usados em embalagens ⁽¹⁾.

A incorporação de resíduo de vidro de embalagem em materiais cerâmicos é uma opção de reaproveitamento ^(2,3,4,5,6,7) devido a sua composição química. A adição de vidro à massa cerâmica causa elevação dos teores de óxidos fundentes, responsáveis pela densificação da estrutura durante a queima, aumentando sua resistência mecânica. Entre a temperatura de fusão e a temperatura de transformação (fictícia), o vidro é considerado, muitas vezes, como sendo líquidos super resfriados, e é neste intervalo de temperatura (que em alguns casos coincide com a temperatura de queima dos materiais cerâmicos) que ocorre o rearranjo atômico, visando um empacotamento mais eficiente ⁽⁸⁾, o que é muito importante para a produção de pisos e telhas.

Neste trabalho foram analisadas imagens, obtidas usando um microscópio óptico, de corpos de prova cerâmicos, com pó de vidro descartável incorporado em função da temperatura de sinterização.

MATERIAIS E MÉTODOS

O pó de vidro foi obtido a partir de garrafas de 350ml tipo “long neck” (não retornável) marrom que foram quebradas em pilão e trituradas em moinho de bolas por seis horas. O pó obtido foi passado em peneiras de 0,037, 0,088 e 0,125 (mm) e denominadas: Alfa de 0,088 a 0,125 mm e Beta de 0,037 a 0,088 mm.

Foi utilizada uma massa cerâmica extrudada, usada na fabricação de telhas, de uma cerâmica de Presidente Epitácio - SP.

A argila e o pó de vidro foram secos em estufa, por 24 horas a 110°C. A mistura massa cerâmica - pó de vidro foi homogeneizada em moinho de bolas durante seis horas. Foram preparadas misturas com 10% de pó de vidro, nas granulometrias alfa e beta, para cinco temperaturas diferentes de queima. Cada amostra recebeu 15% em peso de água.



Corpos de prova foram conformados ($60 \times 20 \times \sim 05$ mm) utilizando uma matriz para produzir corpos de prova em triplicatas em uma prensa hidráulica manual (prensagem de 7 toneladas).

Os CPs foram queimados a 800, 900, 1000, 1100 e 1200°C, a uma taxa de aquecimento de 10°C/min, permanecendo por 30 min a 110°C e por 2 horas na temperatura de queima. Depois da queima, o forno foi desligado, os corpos de prova foram deixados esfriar até ~ 60°C e depois colocados num dessecador até atingirem a temperatura ambiente.

Após os ensaios tecnológicos (absorção de água, porosidade aparente e resistência mecânica à flexão) os corpos de prova foram cortados com disco de diamante e polidos usando lixas # 600, 800, 1200 e 2400. As seções retas (de sete amostras) e as superfícies polidas (de três amostras) foram analisadas usando um microscópio óptico marca Leica DMRX, com sistema de captação e análise de imagens.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A **Figura 1** mostra a seção reta das amostras alfa (pó de vidro de 0,088 a 0,125 mm), com 10% de pó de vidro, queimadas nas temperaturas: 1000 °C (C), 1100 °C (D) e 1200 °C (E), com aumentos de 100 e 500 vezes. A **Figura 2** mostra a seção reta das amostras beta (pó de vidro de 0,037 a 0,088 mm), com 10% de pó de vidro, queimadas nas temperaturas: 900 °C (B), 1000 °C (C), 1100 °C (D) e 1200 °C (E), com aumentos de 100, 200 e 500 vezes. As duas figuras mostram um material com alta porosidade e com regiões muito densas. Os poros apresentam tamanhos e formas diversas, e muitos estão preenchidos com material vítreo. A formação destes poros está associada com a queima de matéria orgânica, liberação de gases, formação de novas fases cristalinas e a formação da fase líquida. As amostras queimadas em temperaturas menores (900 °C (B) e 1000 °C (C)) apresentam cor clara (vermelho) e ilhas com o material vítreo. As amostras queimadas em 1100 °C (D) e 1200 °C (E) são escuras mostrando a formação de novas fases de óxidos de ferro e a fase vítrea mais dispersa pela amostra, indicando maior molhabilidade nestas temperaturas. A cor escura não foi observada nas amostras sem pó de vidro incorporado, indicando que as fases componentes do vidro reagem com o material da argila produzindo uma fase com cor escura (provavelmente magnetita).

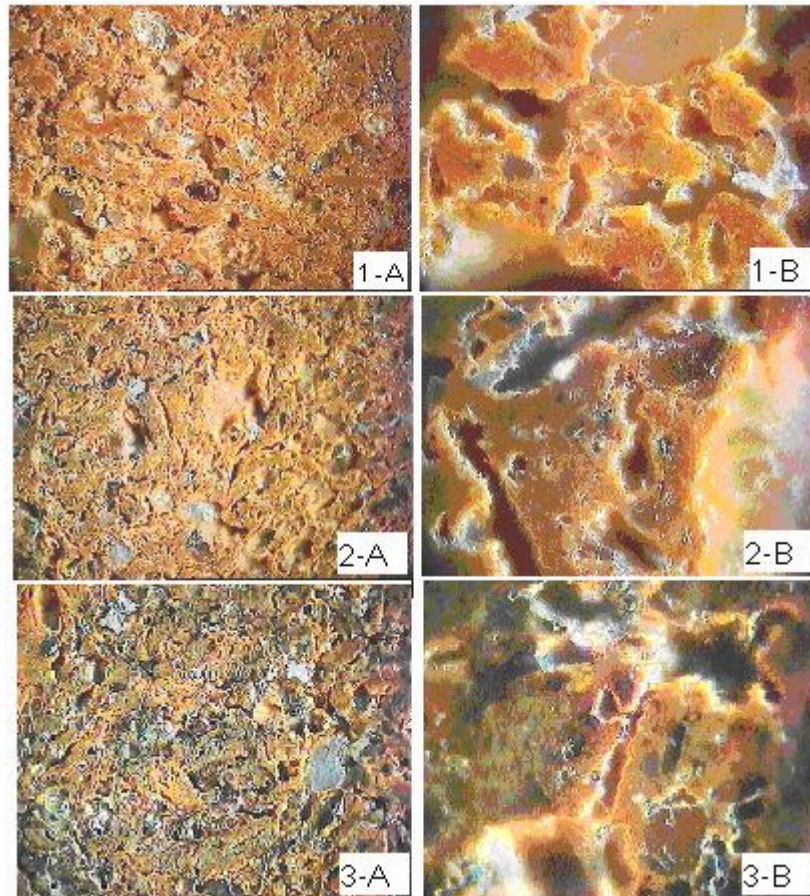


FIGURA 1: Imagens da seção reta dos corpos de prova, com 10% de pó de vidro alfa, queimados em temperaturas diferentes 1000 °C (1), 1100 °C (2) e 1200 °C (3), com aumentos de 100 (A) e 500 vezes (B).

A **Figura 3** mostra a superfície polida das amostras, com 10% de pó de vidro, alfa Tijolo1 (1100 °C) e Tijolo 2 (1200 °C), beta Tijolo 3 (1200 °C), com aumentos de 100 e 500 vezes.

Durante o polimento da superfície das placas foi observada a liberação de fios finos de vidro, no plano perpendicular a direção de prensagem da amostra. Estes fios indicam a formação de fase líquida que difundiu entre as partículas da argila formando veios. Este fenômeno é denominado molhabilidade.

As **Figuras 4, 5 e 6** mostram os resultados da absorção de água, porosidade aparente e módulo de ruptura à flexão, para as amostras com 10 % de pó de vidro, alfa e beta. Nestas figuras é observado que o pó de vidro melhora as propriedades do material cerâmico (menores porosidade aparente e absorção de água, maior resistência mecânica à flexão), principalmente, nas amostras sinterizadas em temperaturas maiores que 900 °C.

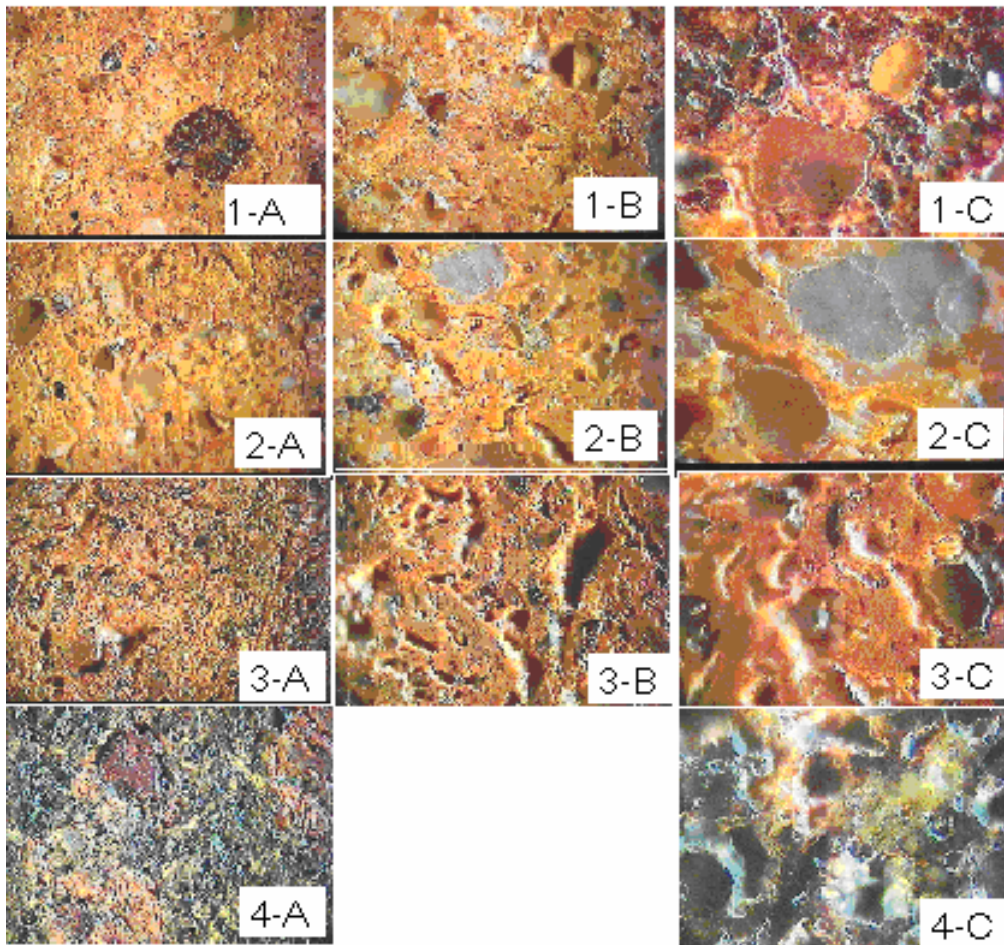


FIGURA 2: Imagens da seção reta dos corpos de prova, com 10% de pó de vidro beta, queimados em temperaturas diferentes 900 °C (1), 1000 °C (2), 1100 °C (3) e 1200 °C (4), com aumentos de 100 (A), 200 (B) e 500 (C) vezes.

As reduções na porosidade aparente e na absorção de água observadas nas **Figuras 4 e 5**, estão associadas à formação da fase líquida observadas nas imagens (**Figuras 1 a 3**). Este efeito é maior nas amostras que receberam o material fundente (pó de vidro), que permite um melhor rearranjo das partículas e preenche os poros, aumentando a densidade do material. O vidro de vasilhame em geral tem alta concentração de fundentes ⁽²⁾, principalmente sódio (~16%), que melhoram a resistência mecânica do corpo cerâmico entre 950 e 1000 °C. Ele também tem, alta concentração de cálcio (~12%) que requerem temperaturas de queima da ordem de 1100 °C para a vitrificação. O difratograma de raios X do pó de vidro (não apresentado aqui) mostrou que ele é totalmente amorfo. Devido a sua composição, sais fundentes e principalmente sílica amorfa, a presença deste resíduo na massa

cerâmica favorecerá a formação da fase líquida e a reação com os compostos da argila.

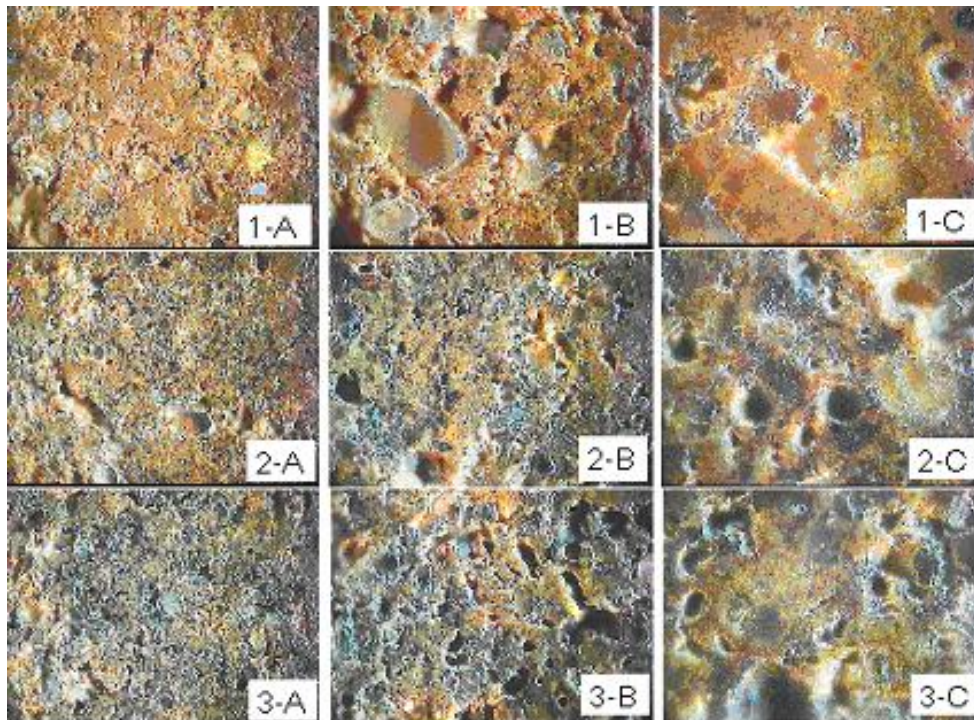


Figura 3: Imagens das superfícies polidas dos corpos de prova com 10% de pó de vidro: (1) Alfa queimado a 1100 °C, (2) Alfa queimado a 1200 °C e (3) beta queimada a 1200 °C, com aumentos de 100 (A), 200 (B) e 500 (C) vezes.

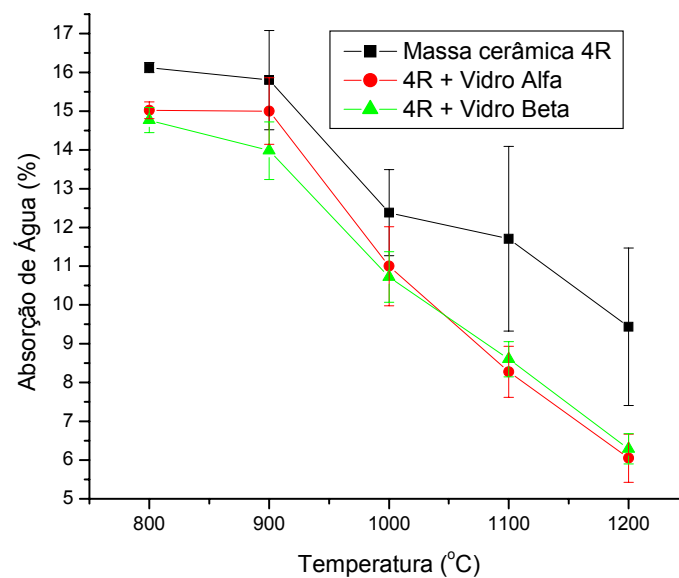


Figura 4: Comportamento da absorção de água da massa cerâmica pura, com 10% de pó de vidro alfa e beta, em função da temperatura de queima.

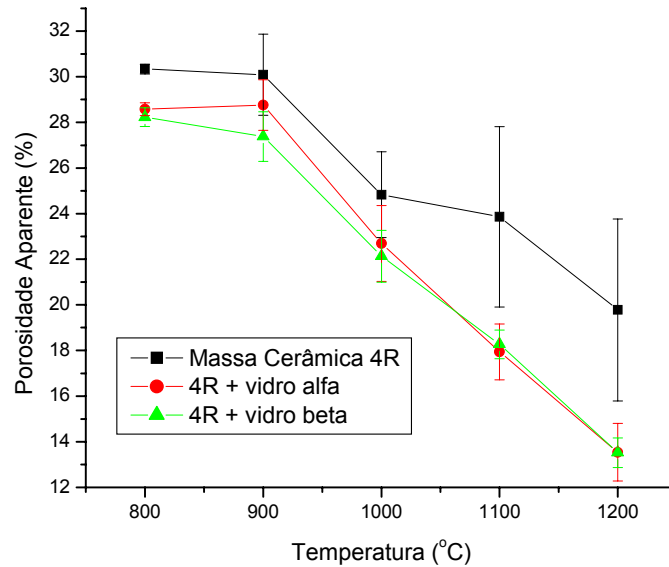


Figura 5: Comportamento da porosidade aparente da massa cerâmica pura, com 10% de pó de vidro alfa e beta, em função da temperatura de queima.

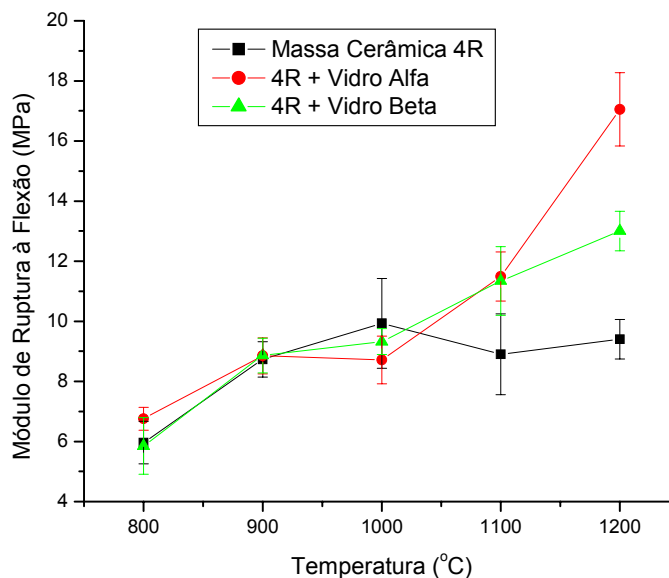


Figura 6: Comportamento do módulo de ruptura à flexão da massa cerâmica pura, com 10% de pó de vidro alfa e beta, em função da temperatura de queima.

Entre 950 e 1225°C⁽⁹⁾ ocorre a vitrificação para as amostras caulínicas, devido à liberação de cristobalita (SiO₂) que reage com os óxidos livres, principalmente alcalinos, alcalinos terrosos e de ferro, formando vidros. Parte destes óxidos está presente nas argilas, parte é liberado na quebra das estruturas dos argilominerais e



parte, principalmente os alcalinos e alcalino terrosos, está presente no pó de vidro, que colabora para o processo de formação da fase vítrea.

Agradecimentos: Os autores agradecem à FAPESP e à UNESP/FCT, pelos auxílios concedidos para a participação do evento.

REFERÊNCIAS

1. Anuário Brasileiro de Cerâmica, Associação Brasileira de Cerâmica – ABC, São Paulo – SP, maio de 2002.
2. Godinho, K. O., T. R. Rabelo, J. N. F. de Holanda, A. G. P. da Silva, Incorporação de resíduo de vidros em cerâmica vermelha, Anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba-PR, 28/06 a 01/07 de 2004, CR-ROM.
3. Godinho, K. O., J. N. F. de Holanda, A. G. P. da Silva, Efeito da adição de vidro sobre propriedades de queima de uma argila vermelha, Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro-SP, 06/06 a 09/06 de 2005, CR-ROM.
4. Oliveira, A. A.; Corrêa-Silva, R. H.; Andrade, F. R.; Cardoso, H. M.; Carrer, I. R.; Couto, J. M.; Marcello, Avaliação da incorporação de vidro de embalagem em massa cerâmica, Anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba-PR, 28/06 a 01/07 de 2004, CD-ROM.
5. Filho, F. P. S., R. M. Gibo, Engobe para telhas cerâmicas, anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba-PR, 28/06 a 01/07 de 2004, CD-ROM.
6. Bragança, S. R., C. P. Bergmann, Utilização de pó de vidro em uma massa industrial de cerâmica branca, XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT, Porto Alegre RS, 28/11 a 02/12 de 2004.
7. Pereira Filho, L. I., S. Cosin, T. S. Valera, S. M. Toffoli, Utilização de vidro em pó em cerâmica vermelha, Anais do 48º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba-PR, 28/06 a 01/07 de 2004, CD-ROM.
8. Van Vlack, L.H., Princípios de Ciência dos Materiais, Ed. Edgard Blücher Ltda, 1998.
9. Souza Santos, P., Ciência e Tecnologia de Argilas, Vol 1 e 2, 2ª Edição, Ed. Edgard Blücher Ltda, 1989.



ANALYSIS OF VITREOUS PHASE FORMATION IN RED CLAY WITH GLASS POWDER INCORPORATED BY USING OPTICAL MYCROSCOPY

ABSTRACT

The vitreous phase along the microstructure probes of red ceramic with glass powder incorporated was analyzed by optical microscopy. The probes were prepared with roof tiles ceramic mass mixed with 10%-weight of sodalime glass powder. They were fired at 900, 1000, 1100 and 1200 °C in a laboratory electrical kiln. The probes were cut and their cross sections and surfaces were polished with silicon carbide papers (#800 to #2400) and analyzed. The probes fired at 1000 °C show regions with vitreous phase and at 1100 °C is observed an extensive vitreous phase formation indicating wetting and diffusivity of the liquid phase inside the sample. At 1200 °C the samples color change to dark colors suggesting chemical reaction between glass and ceramic mass. The inclusion of glass powder improved the water absorption (decreased) and the bending strength (increased).

Key-words: glass, roof tile, red ceramic, residue.