

AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE ARGILAS DO RN QUANDO SUBMETIDAS A ELEVADAS TAXAS DE AQUECIMENTO

Filgueira, R. L.; Pereira, L.M.; Dutra, R.P.S.; Nascimento, R.M.
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE – UFRN
Departamento de Engenharia de Materiais – DEMat
Centro de Tecnologia – CT
Campus Universitário Lagoa Nova – Natal/RN
rosannelima@gmail.com

RESUMO

Neste trabalho foram estudadas três argilas do estado do Rio Grande do Norte, Brasil, visando avaliar a potencialidade delas quando submetidas a elevadas taxas de aquecimento. As amostras foram conformadas por prensagem e submetidas à taxas de 5 °C/ min, 10 °C/min e 15 °C/min, com temperatura de 950 °C. Foram determinadas as propriedades tecnológicas das amostras. A composição mineralógica das argilas foi identificada por difração de raios X. A composição química foi determinada por fluorescência de raios X. Os limites de Atterberg foram utilizados para classificar as amostras quanto à plasticidade. Foram realizadas também: a dilatometria, análise granulométrica e a microscopia eletrônica de varredura das amostras. O exame das variáveis de processamento e das características intrínsecas de cada material indica que a argila RX apresentou os melhores resultados para fabricação de blocos e telhas. As técnicas utilizadas neste trabalho foram eficientes e os objetivos iniciais do trabalho foram alcançados.

Palavras-chave: Argilas, RN, Taxas de aquecimento.

1 – INTRODUÇÃO

O setor cerâmico, em especial a indústria de cerâmica estrutural (ICE's), figura entre as cadeias produtivas de maior importância na economia potiguar, principalmente em municípios do interior do Estado. O vale do Açu, a região do Apodi e o Seridó destacam-se pela concentração das ICE's, embora haja unidades produtivas espalhadas em todo o Estado ⁽¹⁾.

Os processos produtivos empregados hoje nas ICE's foram desenvolvidos há mais de 30 anos, passando por gerações sem inovações construtivas do ponto de vista tecnológico ⁽²⁾. A falta de investimento em P&D é

um dos fatores principais para essa estagnação das ICE's em termos de inovação ⁽³⁾.

Pensando nisso, o uso de taxas de aquecimento mais rápidas que as usadas atualmente torna-se uma medida viável, possibilitando a redução de custos durante a produção, uma vez que permite o emprego dos fornos com ciclos de queima mais curtos. Dentro desse contexto, o presente trabalho pretende avaliar a potencialidade de três argilas do RN, submetidas a diferentes taxas de aquecimento.

2 – MATERIAIS E MÉTODOS

As matérias-primas foram três argilas plásticas utilizadas na indústria cerâmica do RN, denominadas argilas RE, RH e RX.

As argilas coletadas foram inicialmente submetidas a um processo de secagem e destorroamento. A secagem foi realizada em estufa elétrica com o termostato regulado em $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ por um período de 24 h. Após essa secagem, as amostras foram destorroadas com o auxílio de almofariz\pistilo e acondicionadas em recipientes plásticos para o início da caracterização.

2.1 – CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A caracterização das argilas foi realizada mediante um conjunto de análises e ensaios tecnológicos que podem ser observados no esquema da Figura 1.

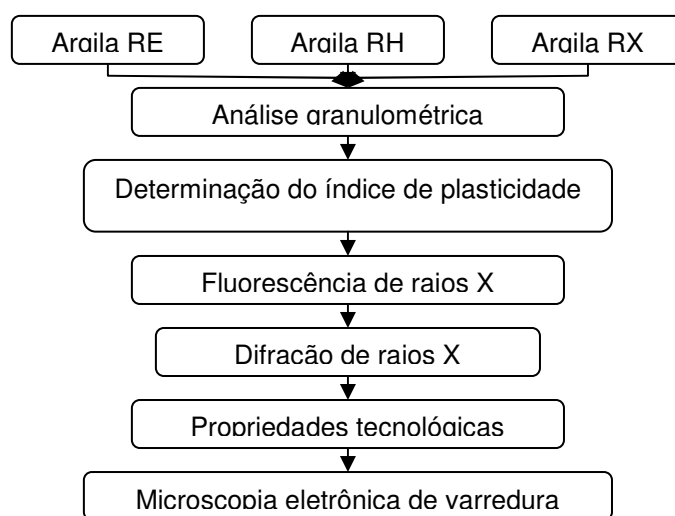


Figura 1 – Esquema da metodologia usada na etapa de caracterização

A seguir serão descritos informações acerca do tipo de preparação da amostra, procedimento de ensaio e instrumentação usada.

2.1.1 – Análise Granulométrica

Em se tratando de materiais argilosos e considerando que a granulometria influencia no processamento e nas propriedades finais, a técnica de análise granulométrica é de fundamental importância para uma completa e precisa caracterização das matérias-primas ⁽⁴⁾.

A análise granulométrica (AG) foi realizada em um granulômetro a laser da marca CILAS, modelo 920L. O software *The Particle Expert* foi o aplicativo usado para o processamento dos dados. Nessa análise pequenas quantidades das amostras pré-selecionadas na peneira ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) nº. 40 (abertura de 0,42 mm) foram dispersas em meio aquoso sob perturbação mecânica (ultra-som) durante 1 min.

2.1.2 – Determinação do índice de plasticidade

O índice de plasticidade foi determinado pelo método de Atterberg, e para isso, foram obtidos os limites de liquidez (LL) ⁽⁵⁾ e o de plasticidade (LP) ⁽⁶⁾, os quais compõem o índice de plasticidade (IP) das amostras.

Na Tabela 1 é apresentada a classificação proposta por Jenkins *apud* Caputo ⁽⁷⁾, e adotada nesse trabalho para classificação das amostras segundo o valor de IP apresentado pelas mesmas.

Tabela 1 - Qualificação quanto à plasticidade tomando como referência o valor do índice de plasticidade.

IP	Classificação
IP>15	Altamente plástico
7<IP<15	Medianamente plástico
1<IP<7	Fracamente plástico
IP=0	Não plástico

2.1.3 – Análise química por fluorescência de raios X

Na análise química por fluorescência de raios X (FRX) foi utilizado um espectrômetro modelo EDX-700 da marca Shimadzu. As amostras enviadas para análise foram passantes da malha nº. 200 da ABNT (0,074 mm de abertura).

2.1.4 - Análise mineralógica por difração de raios X

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro XRD-6000 da Shimadzu. As amostras secas e passantes da peneira ABNT nº. 200 (abertura de 0,074 mm) foram submetidas as seguintes condições de ensaio: tubo de Cu ($= 1,54056 \text{ \AA}$) como fonte primária de raios X, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura de 2° a 80° para 2θ , velocidade de $2^\circ/\text{min}$ e passo de $0,02^\circ$. Para a identificação dos picos foi usado o *software* JCPDF cadastradas no ICDD (*Internacional Centre for Diffraction Data*).

2.1.5 - Propriedades tecnológicas

O primeiro passo foi a confecção dos CPs, que começa com o condicionamento das matérias-primas. Nessa etapa as amostras foram passadas em peneira ABNT nº. 40, secas em estufa elétrica por 24 h, umidificadas com 6 % de água (em peso) e acondicionadas em sacos plásticos por 24 h para maior homogeneização da umidade. Depois as amostras foram prensadas em uma matriz metálica de cavidade retangular com dimensões de 6 cm x 2 cm, aplicando – por intermédio de uma prensa hidráulica modelo PHS 15 t e marca Schulz – 25 MPa (3 toneladas força). Para cada material caracterizado nesse trabalho foram prensados 15 CPs de 13 g aproximadamente. Os CPs à verde foram então identificados, pesados, medidos, secos em estufa elétrica por 24 h, e, finalmente, medidos e pesados novamente. Na etapa de queima os CPs foram submetidos à temperatura de 950°C . O ciclo térmico constou de três taxas de aquecimento ($5^\circ\text{C}/\text{min}$, $10^\circ\text{C}/\text{min}$ e de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ da temperatura ambiente até 600°C e $15^\circ\text{C}/\text{min}$ de 600°C até 950°C), uma isoterma de 30 min a 950°C , e um resfriamento natural dentro do forno. As queimas dos CPs foram realizadas em um forno elétrico modelo 2314 da marca Jung equipado com um controlador Novus N1100.

Para cada amostra caracterizada neste trabalho, cinco CPs foram submetidos ao mesmo ciclo térmico, sendo os resultados das propriedades tecnológicas a média desses cinco CPs. As propriedades tecnológicas calculadas através de expressões matemáticas foram: retração linear de queima (RLq), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA), massa específica aparente (MEA) e resistência mecânica.

2.1.6 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi selecionada para análise por MEV a que obteve melhores resultados de resistência mecânica (argila RX) com taxas de aquecimento de 10%/min e 15%/min. A análise foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (SSX – 550 Superscan, SHIMADZU).

3 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Na figura 3 estão apresentadas as curvas granulométricas das amostras RE, RH e RX.

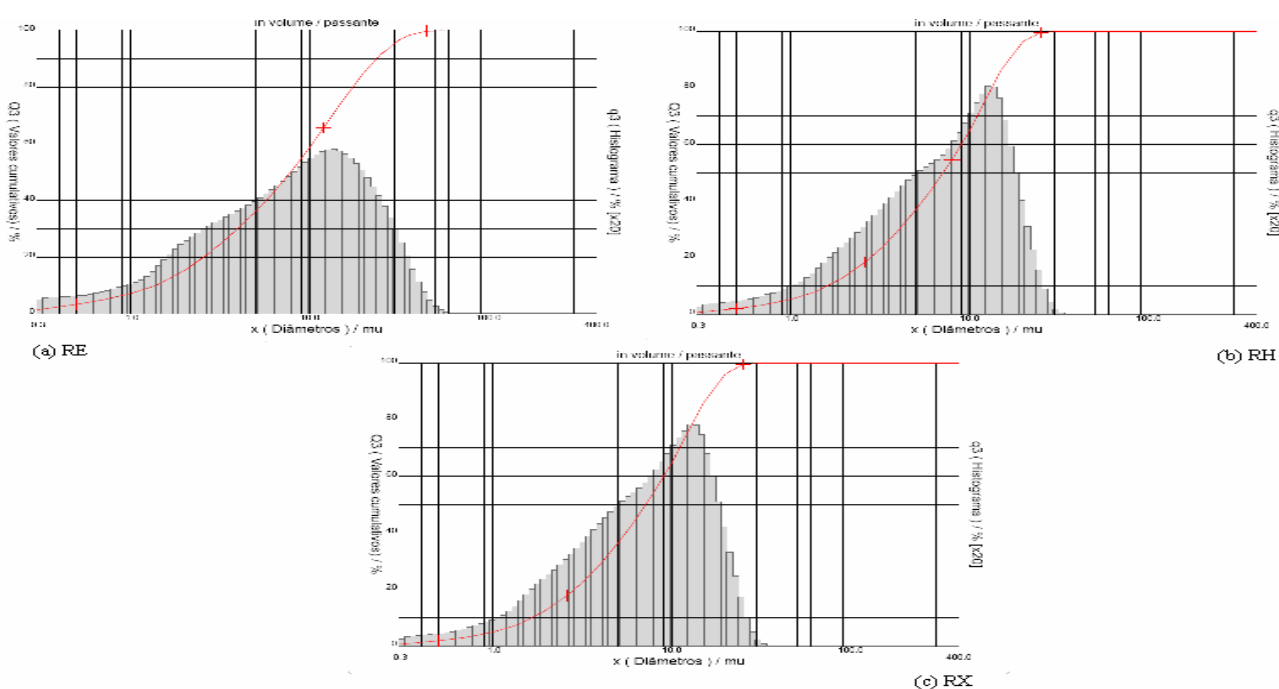


Figura 2 – Curvas granulométricas das amostras

A Figura 3 mostra as curvas granulométricas das amostras e apresentam uma distribuição do tipo bimodal.

A tabela 2 mostra as principais informações obtidas através das curvas de granulometria e ainda o diâmetro médio (DM) e o teor de finos de cada amostra.

Tabela 2 – Principais características granulométricas das amostras

Amostras	D10	D50	D90	DM	Teor de finos < 2 µm (% em
	µm				
RE	1,39	7,86	23,72	10,53	15,28
RH	1,60	7,12	16,64	8,30	13,16
RX	1,65	7,17	16,87	8,39	12,70

Observa-se que dentre as amostras estudadas a RE é a que apresenta a distribuição de partículas de granulometria mais fina, o que pode ser evidenciado no valor de teor de finos menor que 2 μm . Em relação ao diâmetro médio (DM), nota-se que a amostra RE possui um DM superior as outras amostras (10,53 μm) e volume de finos alto (15,28 %), característica incomum, provavelmente conseqüente de seu perfil granulométrico.

3.2 – PLASTICIDADE

Na tabela 3 são mostrados os resultados dos ensaios de LL, LP e a classificação de cada amostra segundo seu valor de IP.

Tabela 3 – Resultados dos ensaios de LL, LP e valores de IP das amostras.

Amostras	LL	LP	IP	Classificação
	% H2O			
RE	31,01	20,93	10,08	Medianamente plástica
RH	40,86	29,52	11,34	Medianamente plástica
RX	34,94	25,14	9,80	Medianamente plástica

Foi constatado que todas as amostras analisadas foram classificadas como moderadamente plásticas.

3.3 - ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

A tabela 4 contém os resultados das análises químicas por FRX, expressos na forma de óxidos.

Tabela 4 – Resultados da análise por FRX

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	TiO ₂	MnO	MgO	ZrO ₂	Outros
	(% em peso)									
RE	64.760	25.942	5.297	0.294	1.523	1.118	0.052	0.399	0.333	0,282
RH	62,473	28,119	5.594	0.436	1.352	1.083	0.055	0.387	0.115	0,383
RX	73.584	18.801	3.849	0.452	1.071	1.127	0.043	-	0.101	0.976

O elevado teor de óxido de silício (SiO₂) (> 60 %) deve-se à presença do quartzo além de outros materiais que possuem o silício na composição química. O óxido de alumínio (Al₂O₃) variou entre 18.801 % e 28.119 %.

Por conterem teores de óxido de ferro (Fe_2O_3) entre 3 e 5 % as amostras apresentam cores bege ou vermelho claro após a queima, visto na figura 3. Além disso, o óxido de titânio (TiO_2) em percentagem maior que 1 %, também pode ser responsável por variação de cor após queima. O teor de óxido de cálcio (CaO) está em maior quantidade nas argilas RH e RX, porém a argila RX não apresentou teor de óxido de magnésio (MgO). Esses óxidos agem como agentes fundentes moderados em temperaturas de queima abaixo de 1100 °C.



Figura 3 – Coloração dos corpos de prova das amostras RE (a), RX (b) e RH (c) após a queima.

3.4 – ANÁLISE MINEROLÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Na figura 4 são mostrados os difratogramas das amostras.

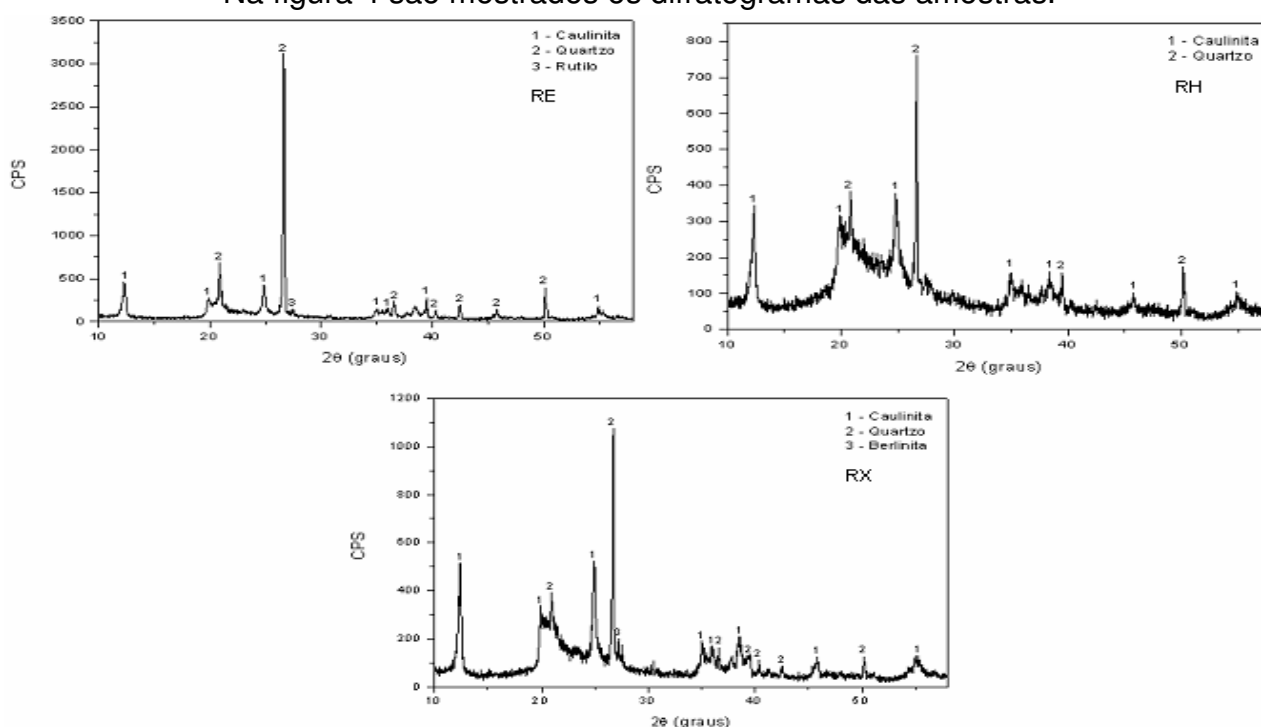


Figura 4 – Difratogramas das amostras

Observa-se que em todos eles existe a presença do quartzo e da caulinita. A amostra RE apresenta picos característicos do rutilo. Já na amostra RX foi identificada a berilita.

3.5 – PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

3.5.1 – Retração linear de queima

A Figura 5 corresponde aos resultados de retração linear de queima das argilas RE, RH e RX.

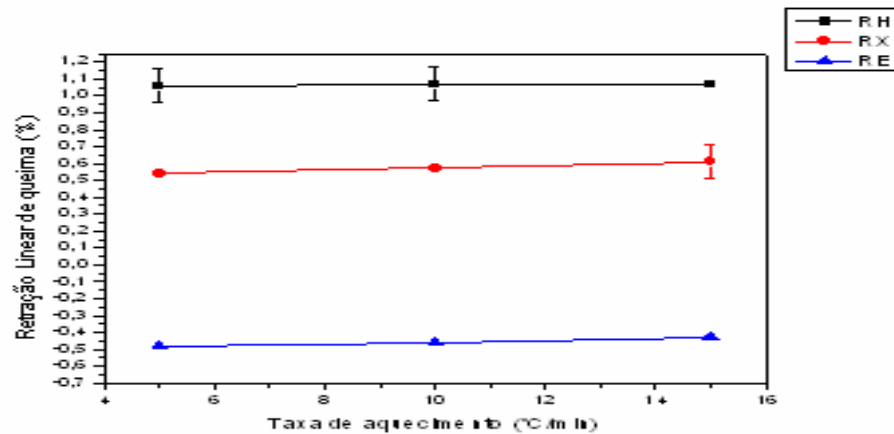


Figura 5 – Resultados da RLq das amostras

As argilas RH e RX sofreram retração positiva, a argila RE sofreu retração negativa, ou seja, ela expandiu. Não por acaso, nos resultados de granulometria, a amostra RE obteve DM maiores se comparados as outras amostras. Verificou-se também que os valores de retração para todas as amostras, quase não variaram com o aumento da taxa de aquecimento.

3.5.2 – Absorção de água

A Figura 6 contém os resultados da absorção de água das amostras em função da taxa de aquecimento.

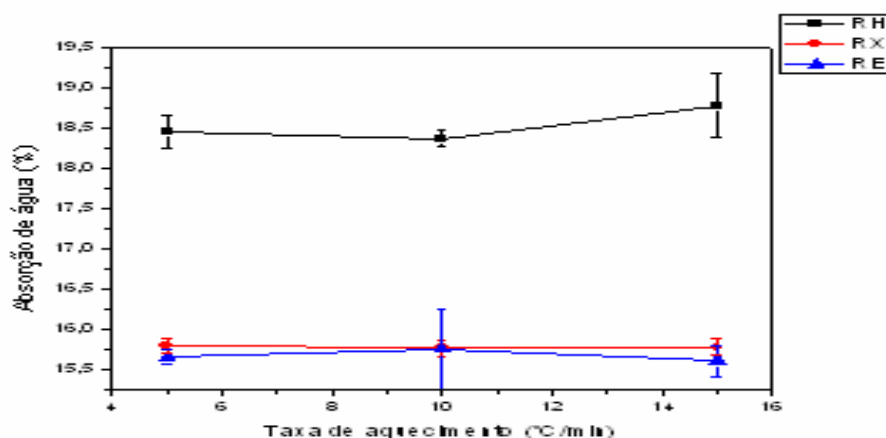


Figura 6 – Resultados da AA das amostras

Observa-se que a variação da taxa de aquecimento pouco influenciou na AA das matérias-primas. A maior absorção de água foi observada na amostra RH. Já as amostras RX e RE apresentaram valores de AA bastante próximos.

3.5.3 – Porosidade aparente

Na figura 7, pode-se observar os resultados de porosidade aparente das amostras.

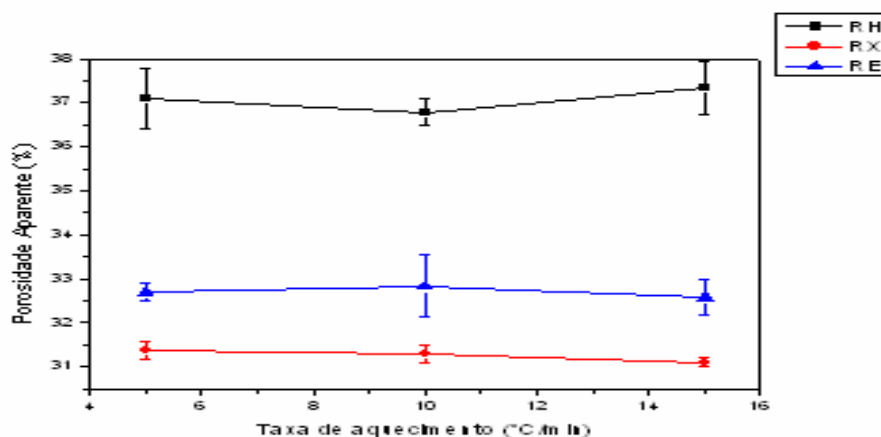


Figura 7 – Resultados para PA das amostras

Como a porosidade aparente quantifica a porosidade aberta do material, seu resultado está associado à absorção de água do mesmo. Sendo assim, os resultados de PA corroboraram com os de AA, uma vez que a argila RH apresentou maior absorção de água e uma maior porosidade aparente e a argila RX apresentou menor absorção de água e menor porosidade aparente. Pode-se dizer ainda que a PA de todas as amostras foi alta, pois todas apresentaram porosidade maior que 30 % não tendo variação significativa com o aumento da taxa de aquecimento.

3.5.4 – Massa específica aparente

A Figura 8 corresponde aos resultados de Massa específica aparente das matérias-primas estudadas.

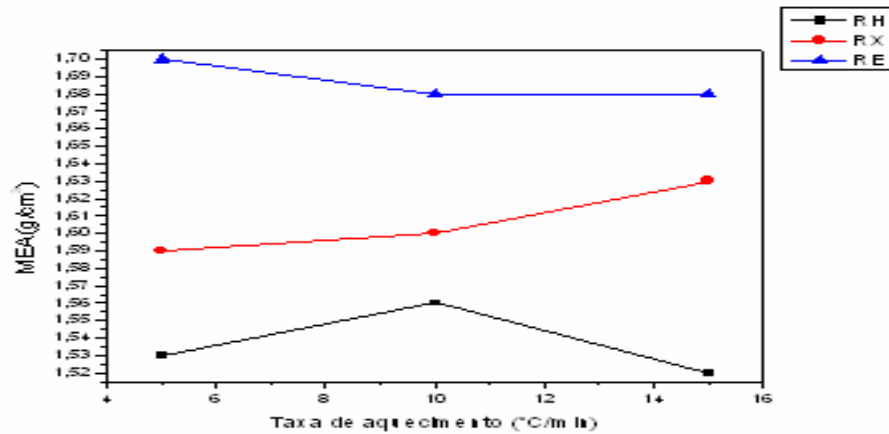


Figura 8 – Resultados de MEA das amostras

Nota-se que o aumento da taxa de aquecimento gerou um crescimento nos valores para a amostra RX e um decréscimo dos valores para a amostra RE. Já, a matéria-prima RH exibiu um aumento não-gradativo da massa específica. Em geral, apresentam menor MEA aquelas amostras com maior tamanho de poro. Sendo assim, a RH por obter maiores valores de PA obteve menores valores de MEA. Porém, isso não aconteceu com as amostras RE e RH e isso deve ter ocorrido por elas terem valores de porosidade aparente bastante próximos.

3.5.5 – Tensão de ruptura à flexão

A Figura 9 contém os resultados de tensão de ruptura à flexão das amostras.

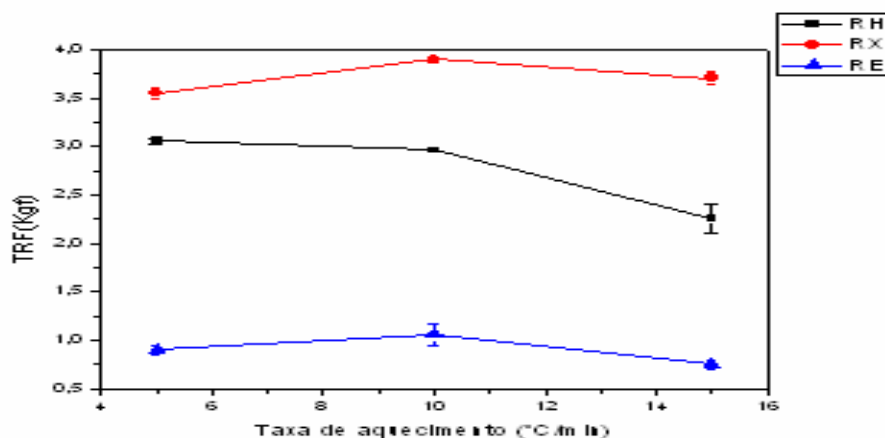


Figura 9 – Resultados de TRF das amostras

Por ter apresentado uma menor absorção de água, e em consequência um menor tamanho de poro, a argila RX conseguiu maiores valores de tensão de ruptura à flexão. Além disso, observar-se que para as amostras RE e RX, a taxa de aquecimento onde elas obtiveram melhores resultados de resistência mecânica foi a de 10 °C/min, diferente da RH que foi a de 5 °C/min.

3.6 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A figura 10 mostra as micrografias das superfícies de fratura obtidas através do MEV. Essas micrografias são relativas a amostra RX, que foi queimada a 950 °C, patamar de 30 min e em duas diferentes taxas de aquecimento: (a) 10 °C/min e (b) 15 °C/min.

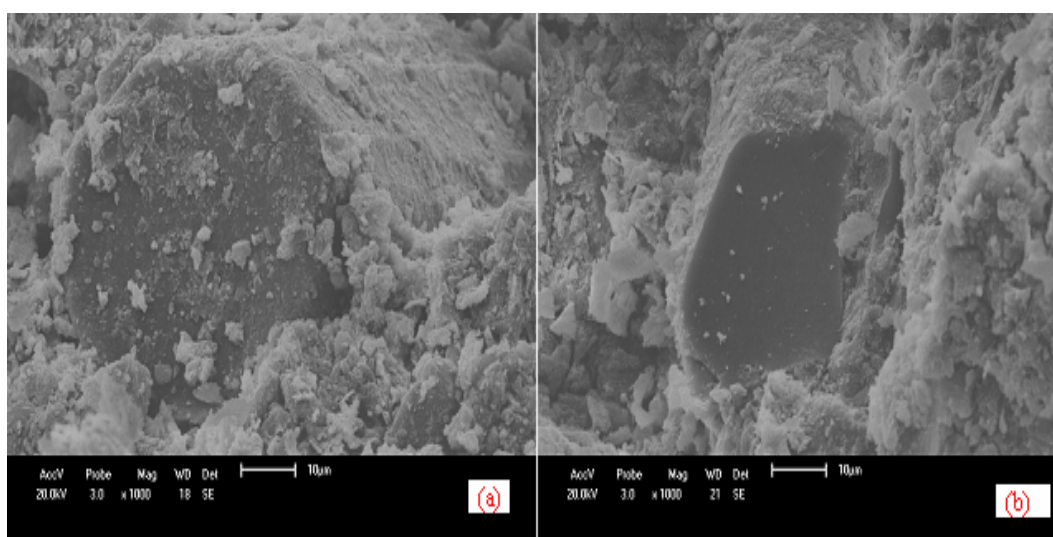


Figura 10 – Microscopia eletrônica da amostra RX - 1000X

Percebe-se que há pouca diferença entre as microestruturas dos materiais queimados nas diferentes taxas. Existem grãos de quartzo sem reagir nas duas micrografias.

4 – CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados e discutidos neste trabalho, chega-se a conclusão que não existe uma taxa de aquecimento ideal, ela irá variar de amostra para amostra. Conclui-se também que é possível utilizar taxas de aquecimento mais rápidas que as atuais, porém dependendo do material, isso implicará em perda de propriedades para o produto final, sendo assim, deve ser considerada a relação custo/benefício.

Por fim, as amostras estudadas apresentaram características distintas. Enquanto a amostra RE possui características que impossibilitam seu uso sem que haja a mistura com outras argilas, a amostra RX possui dosagem natural com boas propriedades mecânicas, químicas e físicas que possibilitam seu uso na confecção de peças cerâmicas com elevada qualidade final.

REFERÊNCIAS

1. CARVALHO, O. O. Perfil Industrial da Cerâmica Vermelha do Rio Grande do Norte. Natal-RN. SENAI, 2001. CD-ROM.
2. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. Anuário Brasileiro de Cerâmica -2002. São Paulo, 2002. 194 p.
3. SALES JÚNIOR, J.C.C. Avaliação da potencialidade de argilas de queima clara como matérias-primas para o desenvolvimento de novos produtos cerâmicos. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.
4. DUTRA, R.P.S. Efeito da velocidade de aquecimento nas propriedades de produtos da cerâmica estrutural. 2007. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.
5. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6459: Solo – Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 1984, 6p.
6. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7180: Solo – Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 1984, 3p.
7. CAPUTO, H. P., 1981, “mecânica dos solos e suas aplicações”, Ed. Livros Técnicos e Científicos S.A., 5ª Ed. Rio de Janeiro, 219 p.

ASSESSMENT OF POTENTIAL RN CLAYS WHEN SUBJECTED TO HIGH RATES OF HEATING

ABSTRACT

In this work we study three clays of the state of Rio Grande do Norte, Brazil, to evaluate the potential them when subjected to high rates of heating. The samples were formed by pressing and subject to rates of 5 °C / min, 10 °C / min and 15 °C / min, with temperature of 950 °C. This study determined the technological properties of the samples. The mineralogical composition was identified by X-ray diffraction. The chemical composition was determined by X-ray fluorescence. The Atterberg limits, were used to classify the samples on the plasticity. Were also performed: dilatometry, size analysis and scanning electron microscopy. The examination of the processing variables and the intrinsic characteristics of each material indicates that the RX clay showed the best results for the manufacture of blocks and tiles. The techniques used in this study were efficient and the initial objectives were achieved.

Keywords: Clays, RN, rates of heating.