

COMPARAÇÃO DA SINTERIZAÇÃO DE UMA MASSA CERÂMICA TRIAXIAL CONTENDO ALBITA OU ESPODUMÊNIO

Camila Felipe de Oliveira
Kurt Strecker
Universidade Federal de São João del-Rei
Praça Frei Orlando 170, centro, sala 319B - 3º andar biblioteca
São João del-Rei, Minas Gerais, cep: 36307-352
camilaufsj@yahoo.com.br

RESUMO

Nesse trabalho, foram investigadas as propriedades de um grés-pocelاناتo feito com albita ou espodumênio. O teor de feldspato nas composições foi de 15 a 30% massa. Corpos de prova foram sinterizados a 1000, 1100, 1200 e 1280°C, patamar de 1 hora em temperatura máxima. As amostras foram caracterizadas pela análise da superfície fraturada utilizando microscopia eletrônica de varredura e diagramas de gresificação, mostrando simultaneamente a retração linear e a absorção de água em relação à temperatura de sinterização, determinando as melhores condições de sinterização. Os resultados obtidos para as amostras contendo 30% de espodumênio a 1280°C foram, retração linear de 9,97 % e absorção de água de 5,40 %, enquanto as amostras contendo 30% de albita a 1280°C, exibiram resultados de 10,13% e 5,74% respectivamente. Concluímos a empregabilidade do espodumênio, já que não há diferenças significativas entre eles.

Palavras-chave: feldspato, albita, espodumênio, cerâmica triaxial, sinterização.

INTRODUÇÃO

As peças cerâmicas são materiais obtidos a partir de matérias primas naturais, as propriedades tecnológicas finais dos produtos cerâmicos são criticamente dependentes da composição química e mineralógica das matérias-primas empregadas. (1)

A indústria cerâmica desempenha importante papel na economia do país, com participação estimada em 1% no PIB (Produto Interno Bruto). A evolução das indústrias brasileiras, em função da abundância de matérias-primas naturais, fontes de energia e disponibilidade de tecnologias embutidas nos equipamentos industriais fez com que diversos tipos de produtos do setor atingissem um patamar apreciável nas exportações do país. O Brasil ocupa hoje o segundo lugar em termos de mercado consumidor, depois apenas da China, e o quarto lugar na produção mundial. (2)

Neste trabalho, a massa cerâmica triaxial foi formulada a partir de argila, caulim, quartzo e feldspato. Cada um destes compostos possui uma função. A argila produz nas peças uma formação de fase líquida na sinterização, maior e de forma mais gradual, proporcionando uma maior resistência mecânica. (3). O caulim aumenta o teor de alumina e auxilia na brancura do produto final (4). O quartzo participa da fusão com o feldspato e equilibra a viscosidade e fluxo vítreo (5). Por último, o feldspato, que atua como fundente, proporciona as primeiras fases líquidas que aparecem durante a queima, formando um líquido que tende a preencher as cavidades do corpo cerâmico. Portanto, é o principal responsável pelo processo de densificação, contribuindo para a diminuição da porosidade das peças e da temperatura de sinterização, conferindo-lhes algumas das propriedades tecnológicas desejadas. As características que devem ser observadas na escolha de um fundente são: as fases minerais presentes, principais e secundárias, as impurezas e a granulometria. (6,7)

Recentemente, tem-se destacado a utilização de matérias-primas que contenham espodumênio em sua composição. Devido ao alto custo da forma sintética, como carbonato de lítio, tem-se utilizado, principalmente, a forma mineral. Neste trabalho foi utilizado o feldspato espodumênio, com 0,91% de Li_2O à massa, com ganho de densificação, resistência mecânica e diminuição da temperatura de queima [8]. Porém teores de Li_2O não devem exceder ~1,5%, para não se perder em densificação das peças [9].

O presente trabalho propôs-se estudar a substituição do feldspato albita pelo espodumênio, fazendo uma caracterização tecnológica, com estudo das fases formadas e análise microestrutural.

MATERIAIS E MÉTODOS

1.1 – Preparação dos corpos de prova

Neste estudo foram utilizados quatro tipos de matérias-primas minerais: argila São Simão, caulim, quartzo e feldspato, todos de granulometria 325 MESH. Foram utilizados dois tipos de feldspato: albita e espodumênio.

O feldspato albita (rico em sódio) foi adquirido pela empresa Minasolo - Minérios e Grãos Abrasivos.

O feldspato espodumênio (rico em lítio) foi cedido pela empresa Companhia Industrial Fluminense – MIBRA, localizada na cidade de Nazareno, região Campos das Vertentes do Estado de Minas Gerais.

A análise química dos componentes utilizados encontra-se na tabela 1, os resultados foram obtidos por fluorescência de raios-x utilizando um espectrômetro de raios X, EDX-700 da Shimadzu®.

Componentes	SiO₂	Al₂O₃	Alcalis*	Li₂O
Argila São Simão	63,76	35,03	1,21	***
Caulim	52,74	45,83	1,44	***
Quartzo	99,23	0,5	0,27	***
Feldspato Na	65,92	19,31	14,77	***
Feldspato Li	76,36	16,09	6,64	0,91

Tabela 1 – Análise química

* Conteúdo de CaO + Na₂O + K₂O + MgO

As proporções das misturas foram de 40% de Argila, 10% de Caulim, 35% de Quartzo, e Feldspato albita ou Feldspato espodumênio variando de 15, 20, 25 e 30% do peso total do corpo de prova. As matérias-primas foram misturadas manualmente em almofariz.

A prensagem dos corpos de prova foi realizada uniaxialmente em prensa hidráulica SIWA Press®, com capacidade de 15 toneladas, utilizando uma matriz em aço SAE 1045, com medidas internas de 60 x 20 mm. Para a moldagem foram colocados 20 gramas de material, o que resultou em corpos de prova com espessuras entre 6,5 e 8,0 mm. A carga aplicada foi de 4

toneladas, durante um intervalo de 30 segundos para acomodação das partículas, resultando em pressão de compactação de 28,5 MPa.

Após a prensagem, os corpos de prova foram pesados, e medidas suas dimensões a verde utilizando paquímetro digital da marca Starrett® 727-6/150 com precisão de 0,01 mm. Foram medidos 3 pontos ao longo da largura, 3 pontos ao longo da espessura e 1 ponto ao longo da altura.

Na sinterização dos corpos de prova foi utilizado um forno elétrico da marca Lavoisier Furnace® Modelo 4020. Os corpos de prova foram sinterizados nas temperaturas de 1000, 1100, 1200 e 1280 °C. A taxa de aquecimento foi de 3 °C / min com patamar de 1 hora.

1.2 Análise da superfície fraturada

Os corpos de prova após a sinterização foram analisados em um microscópio eletrônico de varredura da marca Hitachi® modelo TM 3000. O objetivo da análise foi acompanhar as mudanças microestruturais e morfológicas das amostras utilizando o feldspato albita e o feldspato espodumênio, comparando a existência de cristais aciculares que indicam a formação de mulita secundária. As ampliações foram de 1000 vezes.

1.3 Diagramas de gresificação

A curva de gresificação é a representação gráfica simultânea da absorção de água (AA) e retração linear (RL) da peça com a temperatura de queima. Logo para se obter um produto final com uma faixa de absorção de água desejada e a variação de tamanho admissível, pode-se usar a curva de gresificação para identificar a temperatura na qual essas características são alcançadas. Portanto serve como um instrumento controle de qualidade e tem utilidade na avaliação da sensibilidade de massas cerâmicas a possíveis erros de dosagem, variações da densidade do compacto seco e as condições de queima. Serve também para indicar a temperatura onde o material começa a densificar ou gresificar, correspondendo ao ponto de interseção das curvas de absorção de água e retração linear.

A retração linear foi determinada utilizando-se a equação (A), seguindo a NBR 13818.

$$RL(\%) = \frac{l_o - l_f}{l_o} \times 100 \quad (A)$$

Sendo a RL a retração linear pós queima, em porcentagem; L_o o comprimento, em mm, do corpo de prova verde ; e L_f o comprimento do corpo de prova sinterizado.

O procedimento para o cálculo de absorção de água foi, primeiramente a pesagem dos corpos de prova sinterizados em balança digital com precisão de 0,01 g , depois eles foram imersos em água destilada a 100 °C por 1 hora. As amostras foram encobridas por pelo menos 5 cm, conforme NBR-13818.

Ao término do período de imersão, o excesso de água superficial foi retirado com um pano umedecido, e os corpos de prova foram novamente pesados a fim de determinar o valor da quantidade de água absorvida, de acordo com a equação B.

$$AA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (B)$$

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em todas as amostras preparadas independente do tipo e teor de feldspato empregado observa-se como o esperado, um aumento da retração linear e uma diminuição da absorção de água em função do aumento da temperatura de sinterização, conforme as figuras 1 e 2. Em consequência da sinterização dos corpos de prova observa-se também que a retração linear aumenta principalmente em temperaturas acima de 1100°C, indicando há formação de fase líquida em uma quantidade apreciada. Esse resultado é de acordo com os resultados anteriores obtidos no estudo da dilatometria, onde observamos a maior taxa de retração entre 1100 e 1200°C.

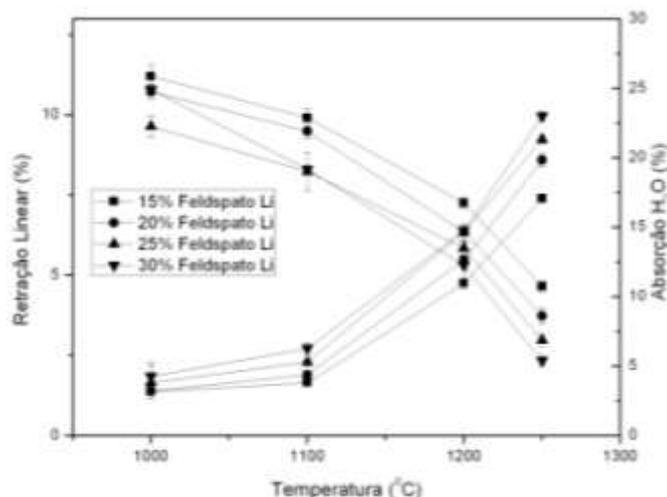


Figura 1 – Gráfico de gresificação de amostras contendo feldspato lítico

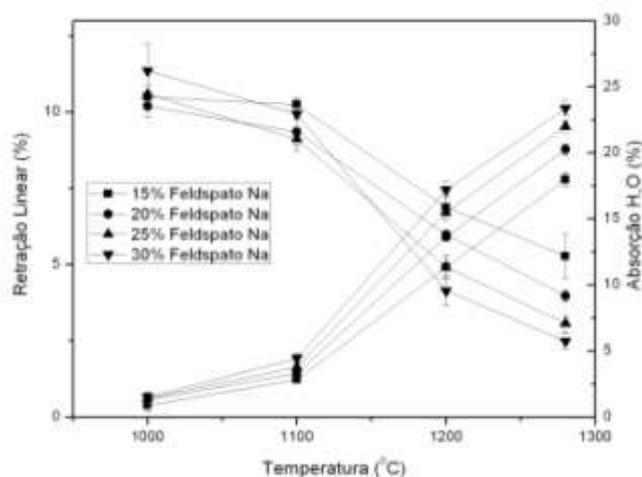


Figura 2 – Gráfico de gresificação de amostras contendo feldspato sódico

Pra cada tipo de feldspato utilizado, albita ou espodumênio, nota-se um aumento de retração linear e uma diminuição da absorção de água em relação ao aumento do teor de feldspato, isso é claramente relacionado com a maior quantidade de fase líquida formada. Comparando as amostras preparadas com feldspato lítico com as preparadas com feldspato sódico nas mesmas quantidades e condições idênticas de sinterização, as diferenças observadas são mínimas, indicando que o feldspato lítico pode substituir o feldspato sódico.

As microfotografias apresentadas nas figuras 3 e 4 , mostram as superfícies de fraturas contendo 15 e 30% de feldspato sódico, sinterizados a 1000 e 1280°C,

respectivamente. As figuras 5 e 6, mostram as superfícies de fraturas do feldspato lítico, nas mesmas condições.

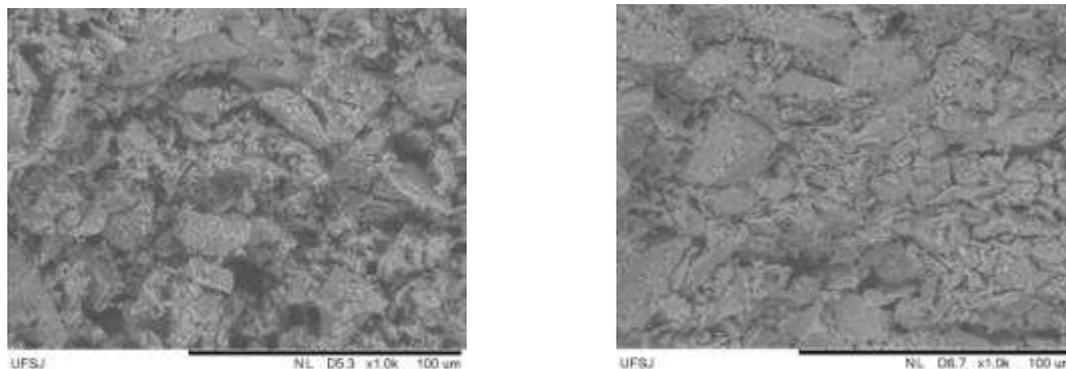


Figura 3 – Micrografias de amostras sinterizadas a 1000°C, contendo 15 e 30% feldspato lítico, aumento 1000X.

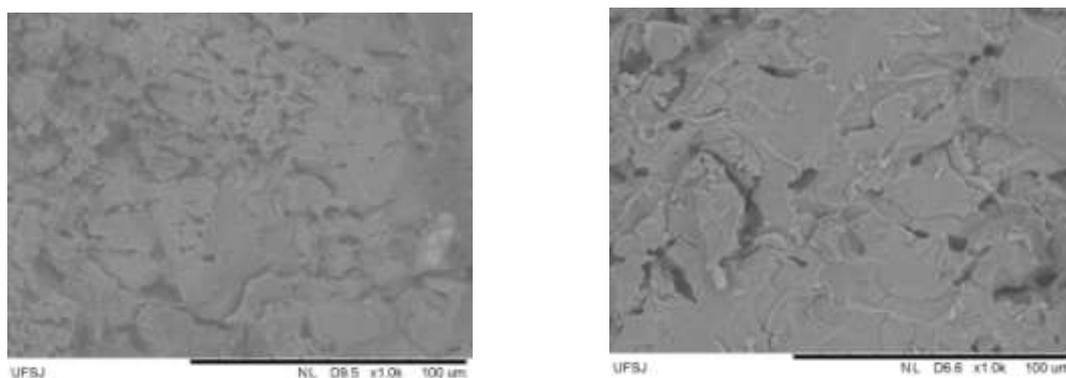


Figura 4 – Micrografias de amostras sinterizadas a 1280°C, contendo 15 e 30% feldspato lítico, aumento 1000X.

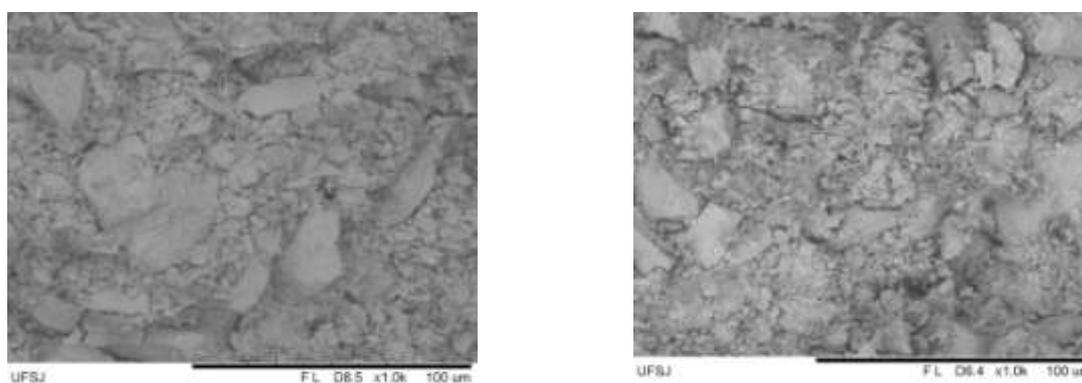


Figura 5 – Micrografias de amostras sinterizadas a 1000°C, contendo 15 e 30% feldspato sódico, aumento 1000X.

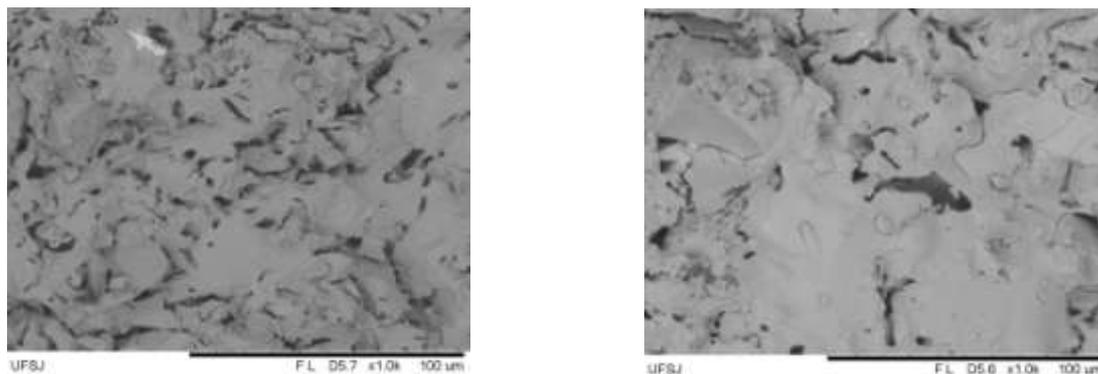


Figura 6 – Micrografias de amostras sinterizadas a 1280°C, contendo 15 e 30% feldspato sódico, aumento 1000X.

Pode ser observado que com o aumento da temperatura de sinterização houve uma diminuição da porosidade e além da formação da fase vítrea, que ocorreu em temperaturas acima de 1100°C. Também podemos observar que as superfícies de fratura das amostras preparadas com feldspato lítico tiveram o mesmo comportamento das preparadas com feldspato sódico.

CONCLUSÕES

Os resultados desse trabalho demonstram que não houve diferenças significativas na sinterização, desenvolvimento microestrutural e das propriedades gerais dos corpos de prova, preparados com os dois tipos de feldspatos investigados. Os melhores resultados em termos de menor absorção de água, em torno de 5%, foi de 30% teor de feldspato a 1280°C.

O ponto de interseção das curvas de absorção de água e retração linear foi em torno de 1200°C, indicando a temperatura onde o material começa a densificar ou gresificar.

REFERÊNCIAS:

- 1- E. Sanchez, M. J. Orts, J. García-Tem, V. Cantavella, Ceram. Ind. **6** (2001) 15-22.
- 2- ABC – Associação Brasileira de Cerâmica – disponível em <http://www.abceram.org.br/asp/abc>. Consulta feita em 29/03/2012
- 3- NAVARRO, J.E.E. ET AL.; brusa, a.; contoli, l.; dardi,1999
- 4 - RODRIGUES, M. ADRIANA. et al. 2004

- 5 - OLIVEIRA, N. O. PEDRO, 1998 e DROZDA, F. O., 2003
- 6- [10] S. M. Mussolin, C. Doneda, *Int. Ceram. J.* **03-04** (1997) 11-18.
- 7- A. Barba, C. Feliu, J. García, F. Ginés, E. Sánchez, V. Sanz, V. Beltrán, *Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas*, 2ª. Ed., ITC, Castellón (2002).
- 8- M. Oberzan, J. Holc, M. Buhb, D. Kuscer, I. Lavrac, M. Kosec *J. Eur. Cer. Soc.* **29** (2009) 2143-2152.
- 9- D. U. Tulyaganov, S. Agathopoulos, H. R. Fernandes, J. M. F. Ferreira, *J. Eur. Cer. Soc.* **26** (2006) 1131-1139.

Influence of the amount containing spodumene or albite on the sintering of a triaxial ceramic

Abstract

In this study, we investigated the properties of porcelain stoneware, made with albite or spodumene. The amount of the feldspar in the compositions ranged from 15 to 30% by weight. Specimens were pressed and sintered at 1000, 1100, 1200 and 1280 °C with an isotherm of 1 hour at the maximum temperature. The samples were characterized by analysis of the fracture surface using scanning electron microscopy and the vitrification curves, showing both the linear shrinkage and porosity in relation to the sintering temperature. The best results were obtained for samples containing 30% spodumene sintered at 1280 °C, with a linear shrinkage of 9.97% and porosity of 13.28%, while the corresponding results of samples containing 30% albite were 10.13% and 12.17%, respectively. It is concluded that the use of spodumene in the production of porcelain stoneware is viable, resulting in comparable properties.

Key-words: feldspar, albite, spodumene, triaxial ceramic, sintering.