

COMPARAÇÃO DE QUEIMAS DE UMA MASSA CERÂMICA DE REVESTIMENTO EM FORNO DE LABORATÓRIO E FORNO INDUSTRIAL

R. A. L. Soares ^a, J. R. de S. CASTRO ^b

Programa de Pesquisa e Extensão

^a Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí – IFPI

^b Universidade Federal do Piauí

^a Praça da Liberdade, 1597, Centro, Teresina – PI, CEP: 64001-400

^a e-mail: robertoarruda@ifpi.edu.br

RESUMO

O presente trabalho pretende analisar as diferenças obtidas nas propriedades tecnológicas de uma massa cerâmica de revestimento após a queima em dois ambientes distintos, forno de laboratório e forno industrial. Para isso, foi caracterizada uma massa cerâmica usada na produção de revestimento semiporoso. Foram realizadas análises química, mineralógica e térmica na referida massa. Os corpos de prova foram obtidos por compactação e queimados em uma mesma temperatura máxima de 1140°C em dois tipos de fornos, laboratório e industrial. Os ensaios tecnológicos realizados foram de retração linear, absorção de água, massa específica aparente e resistência mecânica. A microestrutura foi avaliada através de análise por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que os dois fornos proporcionaram diferenças significativas nos corpos de prova analisados, como maior resistência mecânica e menor absorção de água nas amostras queimadas em forno de laboratório, por exemplo.

Palavras-chave: massa cerâmica de revestimento, forno de laboratório, forno industrial, propriedades tecnológicas.

INTRODUÇÃO

A queima é a etapa mais importante de todo o processo de fabricação das placas cerâmicas. É na queima que ocorre todas as transformações químicas, físicas e microestruturais que vão consolidar as características finais do produto cerâmico como a cor do suporte, porosidade, resistência mecânica, coeficiente de expansão térmica, etc. Entre as transformações ocorridas estão: a perda de massa, alteração da composição química, mudança e surgimento de novas fases cristalinas e a formação de fase vítrea⁽¹⁾. A queima industrial é um tratamento térmico feito em alta temperatura através de fornos, normalmente a rolos intermitentes, compostos por queimadores que utilizam como combustível gás natural ou gás liquefeito de petróleo (GLP).

O experimento laboratorial de caracterização e processamento cerâmico com o objetivo de conhecer o comportamento físico-mecânico, químico, mineralógico e térmico das matérias-primas é de grande importância para a indústria cerâmica, para que se possa prever a sua utilização mais adequada⁽²⁾. Estes resultados são obtidos, assim como o comportamento da massa cerâmica (formulações das matérias-primas selecionadas), através de experimentos e simulações em laboratório da prática industrial. Ressaltando que também alguns experimentos são feitos em ambiente industrial. Porém os resultados obtidos em ambas as situações podem divergir em alguns casos, como por exemplo, na etapa de queima dos corpos-de-prova em forno de laboratório e forno industrial, objetos de estudo desta pesquisa. Assim o presente trabalho tem como objetivo avaliar as possíveis diferenças tecnológicas e microestruturais de amostras queimadas em dois tipos de fornos, laboratório (LAB) e industrial (IND).

MATERIAIS E MÉTODOS

No experimento utilizou-se uma massa industrial de revestimento do tipo semiporoso que apresenta coloração avermelhada após a queima. A mesma foi fornecida por uma indústria pronta para o uso em produção e não passou por nenhum beneficiamento em laboratório. A composição química foi determinada por fluorescência de raios X por energia dispersiva (FRX). Para realizar as análises utilizou-se o método semiquantitativo, numa atmosfera de vácuo. A análise mineralógica da massa cerâmica, bem como as fases cristalinas formadas após a queima dos corpos de prova, foram obtidas por ensaios de DRX. A avaliação das fases cristalinas da massa e do produto final foi dada por

comparação entre os picos gerados no difratograma com cartas padrões do programa de computador JCPDF, cadastradas no ICDD (Internacional Center for Diffraction Data).

Para avaliação térmica, utilizou-se um analisador Termodiferencial com a taxa de aquecimento foi de 10°C/min entre 27°C e 1200°C. A dilatometria das formulações foi realizada com o dilatômetro com capacidade para atingir a temperatura máxima 1650°C, também com uma taxa de aquecimento de 10°C/min até a temperatura de 1100°C.

Para conformação dos corpos de prova foi adicionado e homogeneizado na massa industrial um teor de umidade de 10% do peso total, utilizou-se porções de 15 g para obtenção de corpos de prova de mesma massa. A granulação ocorreu em peneira malha 40 mesh, depois a massa foi vedada em sacos plásticos por período de 24 horas para melhor distribuição da água entre as partículas da massa cerâmica.

Os corpos de prova foram obtidos por prensagem uniaxial sob uma pressão de 25 MPa com dimensões de 60 x 20 x 5 mm. Vale ressaltar que o teor de umidade (10%) e a pressão de compactação (25 MPa) adotados neste trabalho foram os mesmos praticados pela indústria fornecedora da massa cerâmica. Após a etapa de conformação, os corpos de prova foram secos em estufa com controle de temperatura de 110°C por 24 horas.

A etapa de queima dos corpos de prova foi realizada em dois ambientes, com a mesma temperatura máxima de queima, 1140°C. Primeiro em um forno elétrico com taxa de aquecimento de 10°C/min e patamar da temperatura máxima de 10 minutos. O resfriamento ocorreu de forma natural, com as amostras dentro do forno desligado, até alcançar a temperatura ambiente. Depois foram queimadas amostras no forno de rolos intermitentes da indústria fornecedora, cuja matriz energética é o GLP. O período total dentro do forno foi de 45 minutos com 5 minutos na temperatura máxima.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com os resultados da análise química apresentados na Tabela 1, pode se observar que a massa industrial é composta majoritariamente pelos óxidos de silício (51,9%) e alumínio (25,5%). O alto teor de ferro (10,4%) presente na massa confere a coloração vermelha após queima, além de reduzir a refratariedade da massa. O teor de 6,6% de potássio mostra que a massa industrial é composta por argilas fundentes que sinterizam em menor temperatura. O teor de MgO (2,0%) é um indício da presença de argilominerais do grupo da mica e/ou argilominerais esmectícos. Estes resultados corroboram com a análise mineralógica (Figura 1), onde se constatou picos de difração

das fases cristalinas referentes a ilita $[(K,H_3O)Al_2Si_3Al_{10}(OH)_2]$, quartzo (SiO_2), ortoclásio $[K(Al,Fe)Si_2O_8]$ e hematita (Fe_2O_3). A argila ilítica é bastante utilizada na produção de revestimento de base vermelha, pois é uma argila fundente, fonte de potássio, sendo o principal agente de sinterização da massa cerâmica. Além disso, verificou-se a presença do feldspato potássico ortoclásio. A fase cristalina hematita é justificada pelo alto teor de ferro detectado na fluorescência de raios X. O quartzo também presente na massa desempenha um importante papel na microestrutura da peça cerâmica e na sua estabilidade.

Tabela 1: Componentes químicos da massa industrial.

| COMPONENTES QUÍMICOS | M PESO DOS ÓXID |
|----------------------|-----------------|
| SiO_2 | 51,9 |
| Al_2O_3 | 25,5 |
| Fe_2O_3 | 10,4 |
| K_2O | 6,6 |
| CaO | 0,4 |
| MgO | 2,0 |
| TiO_2 | 0,9 |
| OUTROS | 2,3 |

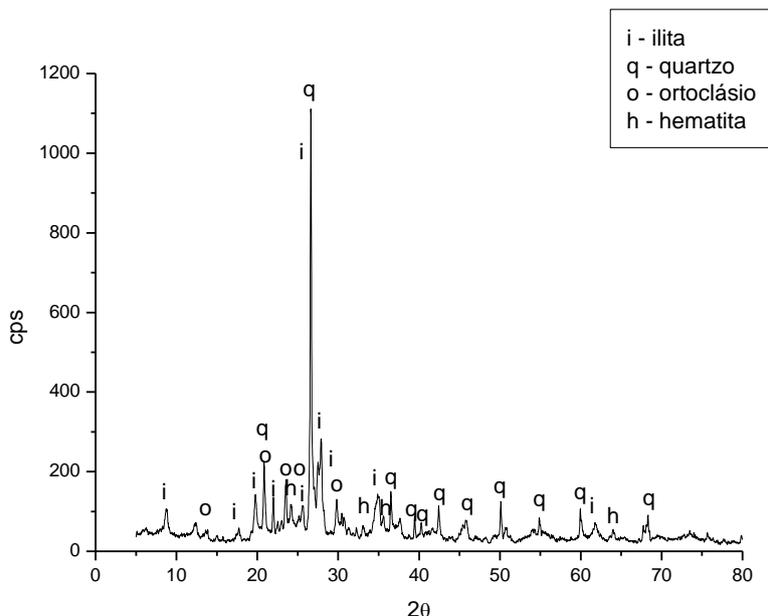


Figura 1: Difratograma de raios X da massa industrial.

O resultado da análise térmica diferencial (DTA) apresentada na Figura 2 mostra picos endotérmicos em 30°C e 120°C (maior intensidade) na curva termodiferencial da massa industrial. Também se observa mais três picos endotérmicos de baixa intensidade, o primeiro (485°C) corresponde a perda de água de hidroxilas, mas não destrói a estrutura cristalina das ílíticas. O segundo pico endotérmico (573°C) é devido a transformação alotrópica do quartzo α em β . Por fim, o terceiro (885°C) está relacionado a perda da estrutura cristalina das argilas ílíticas que compõem a massa industrial. A 927°C verifica-se um pico exotérmico de baixa intensidade que pode está relacionado com a formação de espinélio, como poderá se verificado posteriormente com os resultados do DRX das amostras queimadas.

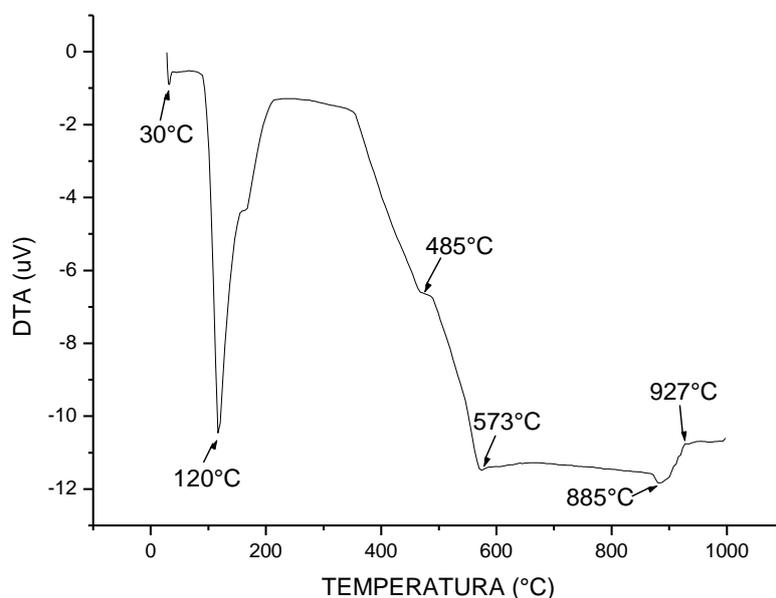


Figura 2: Curva termodiferencial (DTA) da massa industrial.

De acordo com o resultado da análise dilatométrica apresentado na Figura 3, entre 100°C e 200°C a MI sofreu uma pequena retração, consequência da eliminação da água de conformação. Com a saída da água surgem vazios por ela deixados, assim ocorre uma aproximação das partículas em consequência das forças de atração eletrostáticas provocando o adensamento. De 200°C a 600°C, a curva dilatométrica tem comportamento de expansão linear. Este comportamento verificado nos materiais é causada pelo aumento na amplitude vibracional entre seus átomos a medida que se aumenta a temperatura. Vale ressaltar que nesta faixa de temperatura, pode ocorrer retração do

corpo cerâmico em consequência da carbonização da matéria orgânica e a desidroxilação do argilomineral, porém a expansão se sobrepôs à retração. Entre 600°C e 640°C, a curva dilatométrica sofre uma inclinação ascendente mais acentuada. Este comportamento está relacionado com a transformação polimórfica do quartzo que provoca um aumento de seu volume⁽³⁾. A expansão do corpo cerâmico continua até cerca de 870°C (temperatura de expansão máxima). Em seguida ocorre uma abrupta retração provocada pela pelo início da sinterização com a formação de fase líquida e densificação. A inclinação descendente bem acentuada da curva dilatométrica mostra que há uma formação de grande quantidade fase líquida, a partir de 870°C, promovida pelos óxidos fundentes presente na massa cerâmica. A aproximação das partículas do corpo cerâmico se dá por ação de capilaridade.

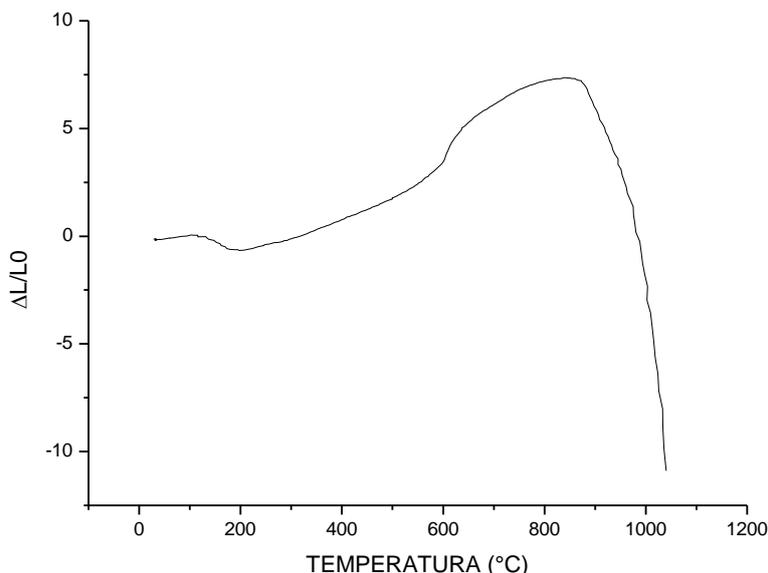


Figura 3: Curva dilatométrica da massa industrial.

A Figura 4 apresenta os resultados da retração linear (RL) e absorção de água (AA) da queima das amostras em forno de laboratório e em forno industrial:

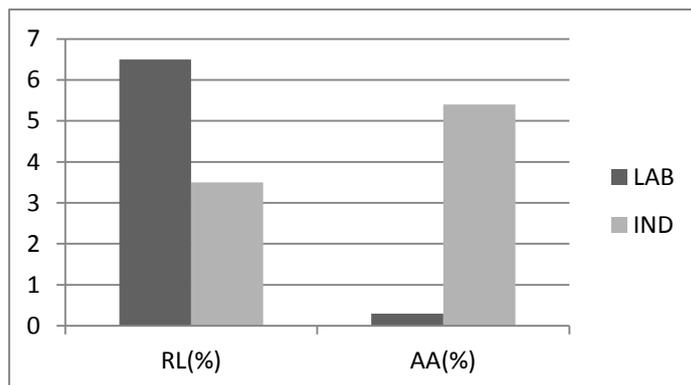


Figura 4: Retração linear e absorção de água obtidas em laboratório e indústria a 1140°C.

Como se pode observar, a RL foi maior na queima laboratorial, onde os corpos de prova foram submetidos a um ciclo de queima mais longo, permitindo assim uma sinterização mais efetiva e, conseqüentemente, uma maior RL. Os resultados da AA duas queimas corroboram com os da RL. A menor porosidade (maior retração) foi verificada nos corpos de prova queimados em laboratório. As massas queimadas no forno industrial tiveram um ciclo de queima muito rápido (45 min), o que impossibilitou a formação de fase líquida suficiente para promover o mesmo fechamento dos poros verificado na queima laboratorial.

A Figura 5 apresenta os resultados da massa específica aparente (MEA) da queima das amostras em forno de laboratório e em forno industrial:

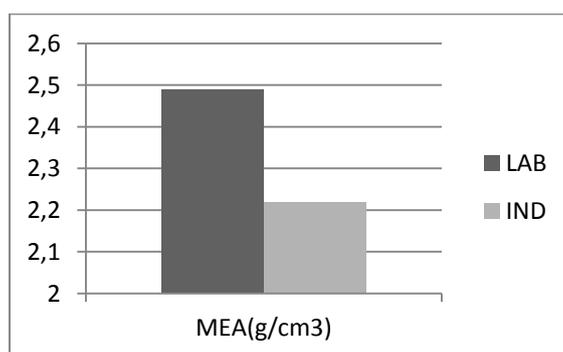


Figura 5: Massa específica aparente obtida em laboratório e indústria a 1140°C.

Concordando com os resultados anteriores de RL e AA, observa-se que a densificação foi maior com os corpos de prova queimados em laboratório. A maior exposição das peças a alta temperatura, principalmente no patamar da temperatura mais alta de queima, possibilitou a formação de uma maior quantidade de fase líquida. Além disso, permitiu a

formação de uma maior quantidade de fases cristalinas de maior massa específica, com respeito a fase amorfa da qual elas são oriundas.

A Figura 6 apresenta os resultados da tensão de ruptura à flexão (TRF) da queima das amostras em forno de laboratório e em forno industrial:

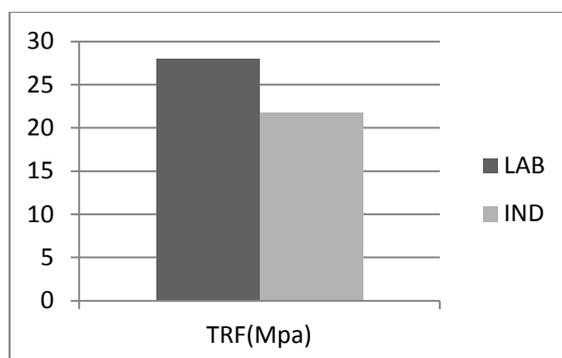


Figura 6: Tensão de ruptura à flexão obtida em laboratório e indústria a 1140°C.

Como já era esperado de acordo com os resultados anteriores, os resultados dos valores da TRF dos corpos de prova queimados no forno industrial foram menores que os obtidos em laboratório. Este comportamento da resistência mecânica das formulações se deve ao fato que o ciclo de queima mais longo (laboratório) é favorecido por permitir uma maior aproximação do equilíbrio termodinâmico, ou seja, permite que as reações e transformações ocorridas durante a queima se completem de forma mais satisfatória, consolidando uma microestrutura mais resistente.

A tabela 2 apresenta as fases cristalinas detectadas nos resultados da análise por difração de raios X nos corpos de prova queimados nos dois tipos de queima:

Tabela 2: fases cristalinas das amostras queimadas em laboratório e indústria.

| TIPO DE FORNO | FASES CRISTALINAS APÓS QUEIMA |
|---------------|-------------------------------|
| Laboratório | quartzo, hematita, espinélio |
| Industrial | quartzo, hematita, ortoclásio |

Observa-se que o quartzo e a hematita são as fases que estão presentes nos dois tipos de queima realizadas, sendo o quartzo a fase predominante devido seu alto ponto de fusão. Durante a queima o quartzo se dissolve apenas parcialmente e mantém a estrutura do corpo cerâmico, este quartzo dissolvido reage com os demais constituintes da massa contribuindo na formação de novas fases⁽⁴⁾.

A fase ilita não foi identificada devido a perda de sua estrutura cristalina em 885°C observado na curva termodiferencial da massa industrial. A saída das moléculas de água da estrutura cristalina da ilita destrói o seu arranjo cristalino característico, formando uma nova fase amorfa.

O ortoclásio foi identificado apenas nas amostras queimadas em forno industrial. Isto justifica o maior valor da AA e os menores valores dos resultados da RL e TRF verificados nos ensaios tecnológicos. O feldspato potássico não fundiu completamente e agiu como material inerte, ou seja, não contribuiu de forma efetiva na formação da fase líquida responsável pelo adensamento do material cerâmico.

O espinélio (Al_2MgO_4) foi identificado apenas na queima em laboratório, o que corrobora com a maior da resistência mecânica dos corpos de prova verificada nos ensaios de TRF. O espinélio é uma fase cristalina formada a partir da fase amorfa proveniente dos argilominerais e promove o aumento da resistência mecânica das peças cerâmicas. Além disso, ocorreu a fusão total do ortoclásio que contribui para a formação de fase vítrea, também responsável pelo aumento da TRF dos corpos cerâmicos queimados em laboratório.

Análise microestrutural (MEV)

A Figura 7 apresenta as micrografias da região obtida após o corte com disco diamantado da massa industrial queimada em forno de laboratório (LAB) e em forno industrial (IND) a 1140 °C ampliada 600 vezes.

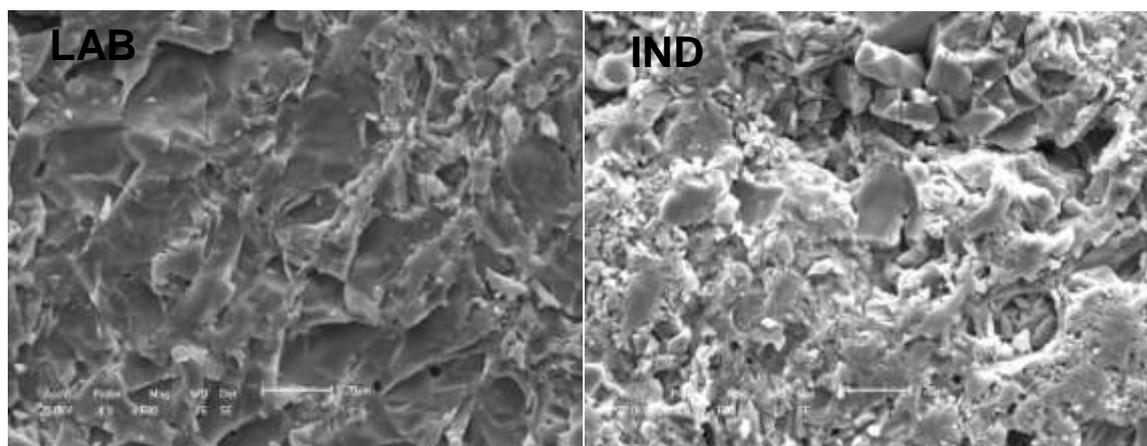


Figura 7: Micrografias obtidas por MEV das amostras queimadas em forno de laboratório e em forno industrial.

A micrografia LAB mostra uma topografia característica de um corpo cerâmico com bom nível de sinterização, ou seja, uma estrutura lisa e bastante vitrificada, apresentando alguns poros isolados e de forma esférica que caracterizam a fase final de sinterização. Estes poros são decorrentes do aprisionamento dos gases liberados como a da hematita, a fase vítrea envolve todos os poros e os gases neles contidos não podem sair. Já a amostra queimada em forno industrial teve um processo de sinterização menos acentuado, como mostra a micrografia IND. A microestrutura apresenta uma topografia mais grosseira e rugosa, maior quantidade de poros com maior tamanho e de formas irregulares. Além disso, apresenta uma menor quantidade de fase vítrea formada. Estes resultados ratificam os resultados do DRX dos corpos de prova após a queima e das propriedades de absorção de água e resistência mecânica, ou seja, a queima realizada na indústria não propiciou aos corpos cerâmicos as transformações e a formação de nova fase cristalina como foi verificado na queima de laboratório, o que refletiu em uma sinterização menos pronunciada que proporcionou uma maior quantidade de poros e menor resistência mecânica.

CONCLUSÕES

O tempo de queima e o ambiente interno dos fornos determinaram diferenças entre os resultados tecnológicos e microestruturais dos corpos cerâmicos queimados em forno de laboratório e no forno industrial a 1140°C. Pode-se verificar com os resultados dos ensaios tecnológicos uma menor absorção de água, maior retração, densificação e resistência mecânica nas amostras queimadas em forno de laboratório. Isto ficou também evidenciado com os resultados microestruturais que mostraram nestes corpos de prova ocorreu a formação do espinélio e uma sinterização mais pronunciada.

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Federal do Piauí pelo apoio financeiro e logístico para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- (1) SOARES, R. A. L. Efeito da adição de carbonatos em formulação de massa para revestimento cerâmico utilizando matérias-primas do Piauí. 2010, 146p. Tese (Doutorado

em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, UFRN, Natal.

(2) BORBA, C. D. G. RODRIGUES, J. B. N., OLIVEIRA, A. P. N. Estudo das matérias-primas fundentes. *Cerâmica industrial*, 1, 1 (1996) 34.

(3) DEER, W. A. HOWIE, R. A., ZUSSMAN. An introduction to the rock – Forming Mineral. Logman Group Ltd, 340 – 355, London, 1995.

(4) CESTARI, J. C. P., VICENZI, J., BERGMANN, C. P. Utilização de resíduos de baixa granulometria como matéria-prima na produção de cerâmica vermelha: considerações quanto aos mecanismos de sinterização. *Cerâmica industrial*. 12, 3 (2007) 27.

COMPARISON OF A BURNING MASS CERAMICS COATING IN LABORATORY FURNACE AND INDUSTRIAL FURNACE

ABSTRACT

This work intends to analyze the differences obtained in the technological properties of a ceramic coating after firing in two distinct environments, laboratory furnace and industrial furnace. For this, was characterized a ceramic mass used in the production of porous coating. The analyzes were performed chemical, mineralogical and thermal mass in that. The specimens were obtained by compacting and burned in the maximum temperature of 1140 °C in two furnaces, laboratory and industrial. The technological tests were performed linear shrinkage, water absorption, bulk density and mechanical strength. The microstructure was evaluated by ray-X diffraction and scanning electron microscopy. The results showed that both furnaces provided significant differences in analyzed specimens, such as increased strength and low water absorption in the fired samples in a laboratory furnace, for example.

Keywords: ceramic coating, laboratory furnace, industrial furnace, technological properties.