

ESTUDO DE MASSAS CERÂMICAS PRODUZIDAS COM MATÉRIAS-PRIMAS DA REGIÃO AMAZÔNICA

J.C.C. Sales Júnior (1); D.P Oliveira (1); J.F. Timoteo Júnior (2); R. H. C. Lima (1)
(1) *Universidade Federal do Amazonas - UFAM*
(2) *Universidade Federal Rural do Semi-Árido - UFERSA*
Departamento de Engenharia de Materiais/FT/UFAM - Av. Rodrigo Otávio Jordão
Ramos, 3000, Coroado I, Campus Universitário, CEP: 69077-000, Manaus/AM.
jccalado@ufam.edu.br

RESUMO

Esse trabalho tem o intuito de mostrar os resultados do estudo sobre formulações de massas cerâmicas produzidas com matérias-primas da região amazônica. Foram preparadas formulações utilizando-se diferentes proporções de argila, quartzo, feldspato e caulim. Os corpos de prova foram queimados nas temperaturas de 1100, 1150 e 1200°C. Com base na retração linear de queima e absorção de água das amostras, foram levantadas as curvas de gresificação. A caracterização microestrutural dos corpos de prova foi realizada através de difração de raios X, termogravimetria e por microscopia eletrônica de varredura. Pelas curvas de gresificação foi observado que o equilíbrio entre a retração de queima e absorção de água se apresenta entre nas temperaturas de 1150 e 1200°C. Na caracterização microestrutural foi detectado a formação de mulita nas amostras queimadas a partir de 1100°C.

Palavras-chave: massas cerâmicas, curvas de gresificação, caracterização microestrutural, mulita.

1 INTRODUÇÃO

A argila caulinítica é constituída essencialmente por caulinite, que coze branco ou quase branco, e é muito refratária.⁽¹⁾ Por serem pobres em óxidos e hidróxidos de ferro e de outros elementos cromóforos, possuem uma menor plasticidade e menor retenção de água.⁽¹⁾ Quando se utilizam argilas cauliníticas para fabricar produtos cerâmicos, a presença de mulita no produto final indica que

o cozimento ocorreu de maneira adequada. A mulita é dura, quimicamente resistente e sua estrutura cristalina alongada proporciona uma grande resistência mecânica. Porém, se o produto se encontra mal cozido, apresentando metacaolim ou mulita pouco cristalizada, este normalmente é inutilizável ⁽²⁾.

Mulita é uma solução sólida de composição elementar que pode ser expressa pela fórmula $Al_{(4+2x)}Si_{(2-2x)}O_{(10-x)}$, onde x corresponde à quantidade de lacunas por célula unitária ⁽³⁾. É a única fase cristalina do sistema Al_2O_3 - SiO_2 formada sob pressão atmosférica ⁽⁴⁾. Vários tipos de mulita são possíveis dependendo do processo de síntese. As mulitas sinterizadas por tratamento térmico (sinterização) de matérias-primas, essencialmente por reação no estado sólido, tendem a ter composições estequiométricas 3:2 ($2Al_2O_3 \cdot SiO_2$), sendo aproximadamente 72% em peso de Al_2O_3 ⁽⁵⁾.

A curva de gresificação é a representação gráfica simultânea das variações da absorção de água (AA) e retração linear (RL) da peça com a temperatura de queima. Assim, tendo-se claramente estabelecido a faixa de AA desejada e a variação de tamanho admissível no produto final, pode-se usar a curva de gresificação para identificar a temperatura na qual essas características são alcançadas ⁽⁶⁾.

Este estudo tem como principal objetivo utilizar a argila plástica e outras matérias-primas do estado do Amazonas para a formulação de massas cerâmicas. Os materiais produzidos passaram por análises químicas, mineralógicas e físicas para que pudessem ser avaliadas as propriedades finais das massas e as alterações ocorridas devido ao tratamento térmico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho, foram utilizadas as seguintes matérias-primas de diferentes regiões do estado do Amazonas: argila plástica, caulim, feldspato e seixo. Foram feitas três formulações variando-se a proporção de cada matéria-prima, conforme indicado da tabela 1. Com as formulações, foram feitos corpos de prova que receberam tratamento térmico nas temperaturas de 1100, 1150 e 1200°C.

Tabela 1: Formulação das massas cerâmicas (% em massa)

Matérias-primas	F1	F2	F3
Argila Plástica	30	35	40
Caulim	30	20	15
Feldspato	20	20	15
Quartzo	20	25	30

A avaliação da retração linear de queima foi feita através do percentual de redução do comprimento do corpo de prova sinterizado em relação ao comprimento inicial. Para a análise da absorção de água, os corpos de prova foram secos à temperatura de 100°C durante 24 horas e em seguida foram mergulhados em um recipiente com água pelo mesmo tempo. A absorção foi dada através equação (A):

$$A (\%) = \frac{M_h - M_s}{M_s} \quad (A)$$

onde A é a absorção em porcentagem, M_h é a massa do corpo úmido e M_s a massa do corpo seco.

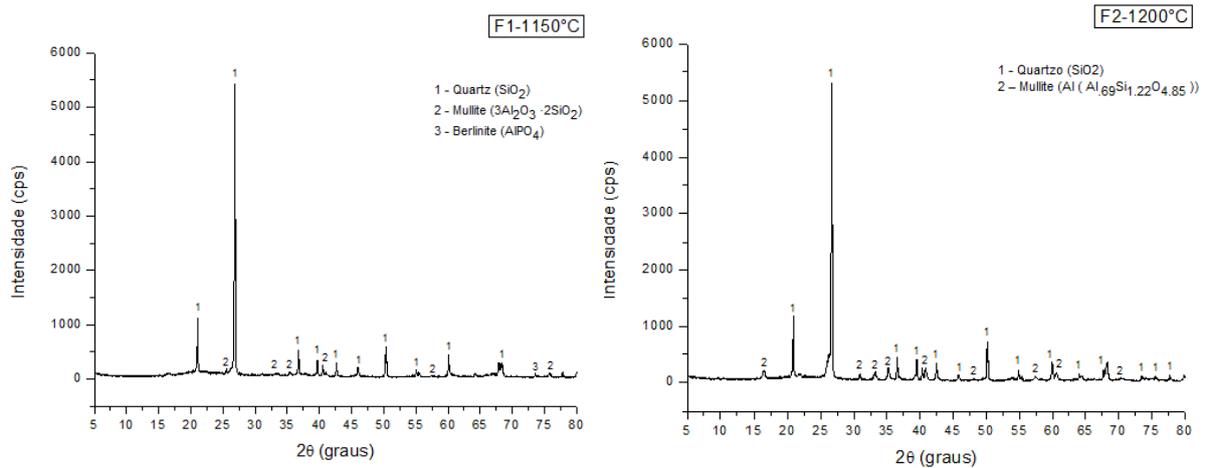
Com os resultados das análises de absorção de água e retração de linear de queima foram traçadas curvas de gresificação.

As análises de difração de raios X foram feitas nos corpos de prova sinterizados para a avaliação da diferença microestrutural proporcionada pelas diferentes temperaturas de tratamento. Foi realizado o ensaio de termogravimetria, para o entendimento das transformações microestruturais ocorridas durante a sinterização, e também uma análise da microestrutura por microscopia eletrônica de varredura.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Difração de Raios X (DRX)

O difratograma da formulação 1 sinterizada a , mostrado na figura 1, indica a presença da fase mulita e também o fosfato de alumínio, característico de solos ácidos como os da região de extração da matéria prima. Os resultados da formulação 2 mostram a presença de mulita no material tratado também a 1150°C e a 1200°C, como mostrado na figura 2.



Figuras 1 e 2: Difratogramas de amostras das formulações 1 e 2.

Com o difratograma da formulação 3, foi possível observar que a formação da fase mulita ocorreu a partir da temperatura de tratamento mais baixa, como mostrado na figura 3, indicando que essa formulação proporciona melhor resistência mecânica ao material com temperaturas de sinterização inferiores às outras formulações.

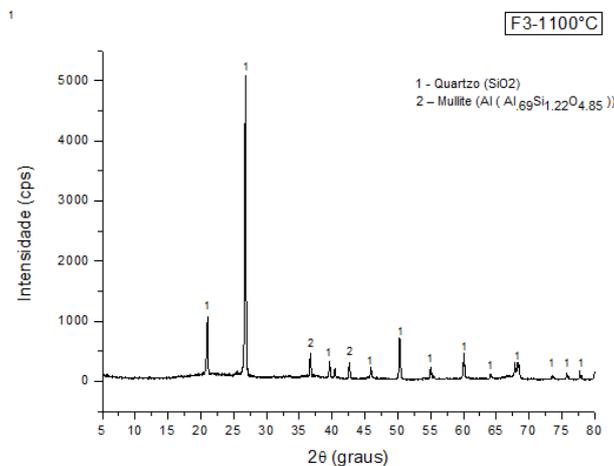
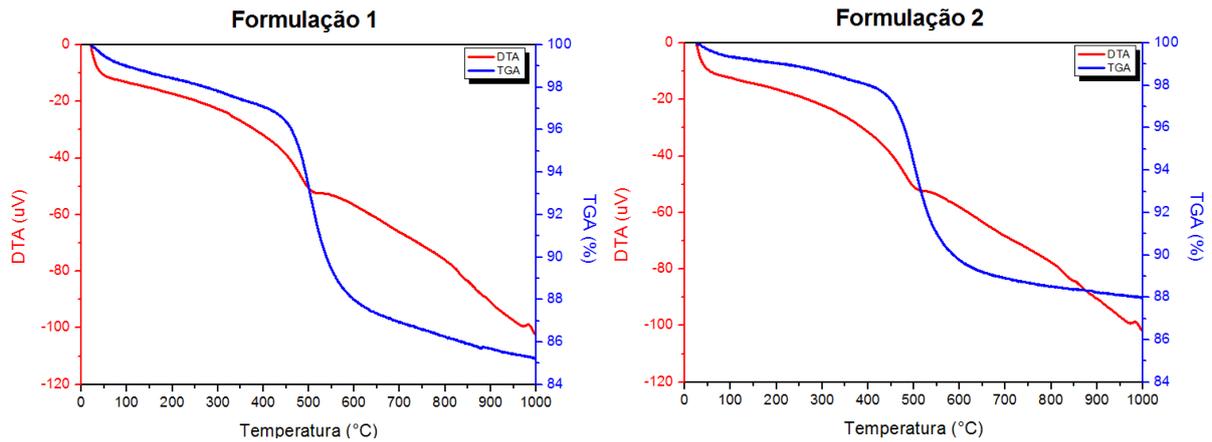


Figura 3: Difratograma de amostra da formulação 3.

3.2 Termogravimetria (TG)

Analisando-se a curva de DTA dos gráficos mostrados nas figuras 4, 5 e 6, observa-se o primeiro pico endotérmico nas temperaturas entre 25 e 50°C, indicando a perda de água da composição e água livre. Esta água se encontra adsorvida na superfície das partículas finas de caolinita.



Figuras 4 e 5: Curvas TG e DTA das formulações 1 e 2.

O segundo pico endotérmico presente nos gráficos ocorre entre 450 e 600°C, e indica a desidroxilação da estrutura caulinítica, transformando-se na estrutura metacaulinita. O último pico encontrado é exotérmico e ocorre entre 950 e 980°C. Ele corresponde à transformação estrutural sofrida pelo SiO₂ amorfo e pelo complexo alumino-silicato. O resultado é a formação de espinela de Si e Al e mulita ortorrômbica primária.

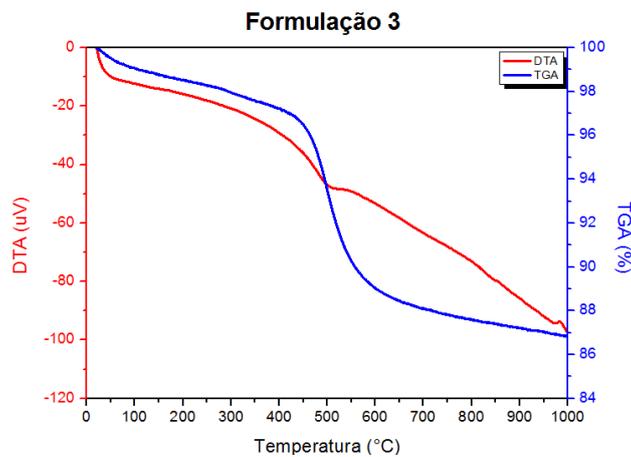


Figura 6: Curvas TG e DTA da formulação 3.

3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Em todas as imagens de menor magnificação, como mostrado na figura 7, foi possível perceber a distribuição granulométrica apresentada pelo material, mostrando também uma elevada porosidade aparente.

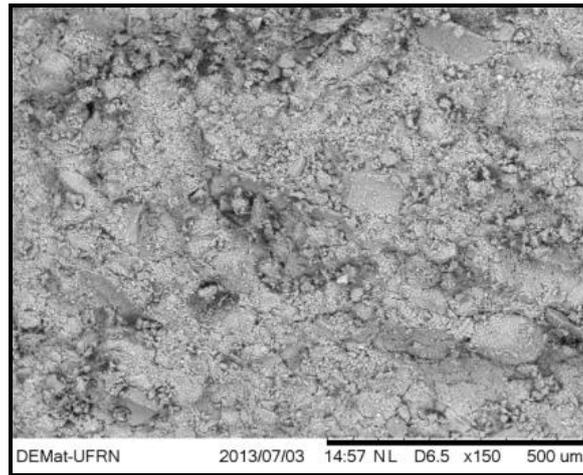
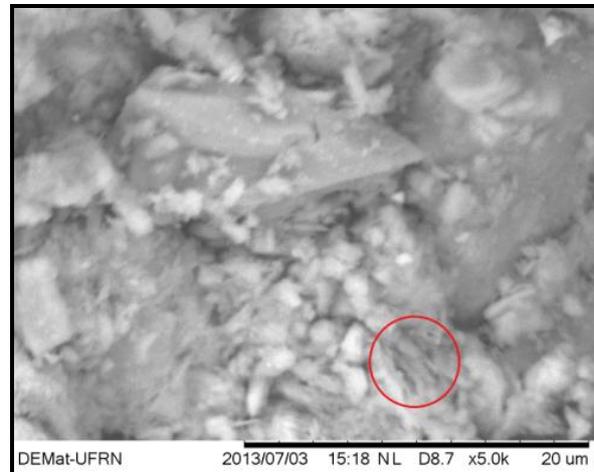
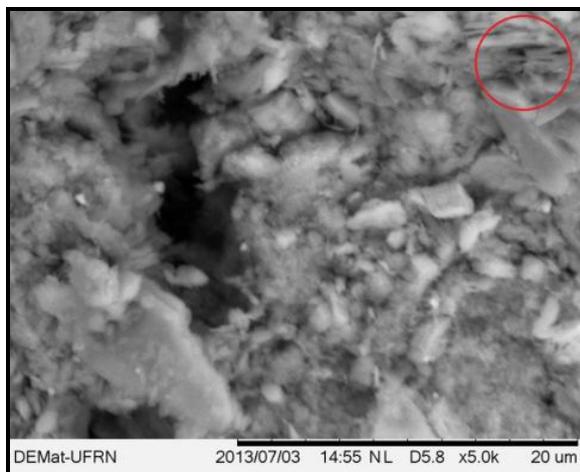


Figura 7: Imagem obtida com magnificação de 150 vezes.

As imagens de maior magnificação das amostras da formulação 1 sinterizadas a 1150°C e 1200°C, mostradas nas figuras 8 e 9, mostram a formação da estrutura mulita, que possui o formato de agulhas. A visualização desta estrutura na imagem confirma os resultados das análises de difração de Raios X e dos ensaios de resistência à flexão, pois a sua formação implica no aumento da resistência mecânica do material.

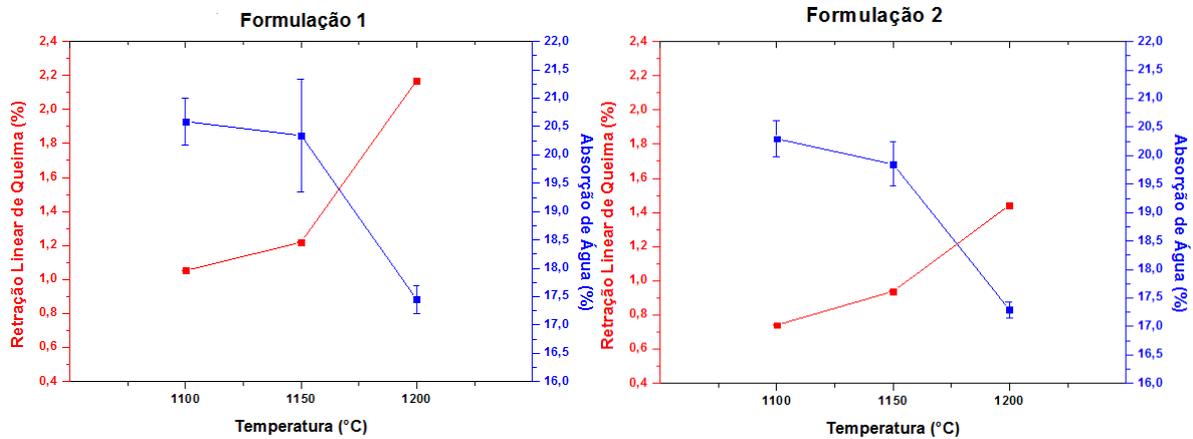


Figuras 8 e 9: Imagens obtidas com magnificação de 5000 vezes e identificação da formação de Mulita.

3.4 Curvas de Gresificação

A retração linear de queima da formulação 1, mostrada na figura 10, aumentou com o aumento da temperatura de sinterização, com grande elevação de 1150 para 1200°C, e a absorção de água foi diminuída com essa diferença de temperatura. Isso ocorreu devido ao fechamento dos poros durante a queima das amostras, com a diminuição da porosidade conforme se elevou a temperatura. A

retração linear de queima da formulação 2, mostrada na figura 11, apresentou aumento mais constante em relação à formulação 1, com valor médio inferior ao apresentado por ela, melhorando a qualidade da mistura.



Figuras 10 e 11: Curvas de gresificação das formulações 1 e 2.

A absorção de água da formulação 3, mostrada na figura 13, apresentou redução mais constante em relação às outras formulações, porém, o maior valor médio. Assim como nas outras formulações, a faixa de temperatura que apresentou as melhores propriedades foi a de 1150 à 1200°C, onde ocorreu o equilíbrio entre a retração linear de queima e a absorção de água.

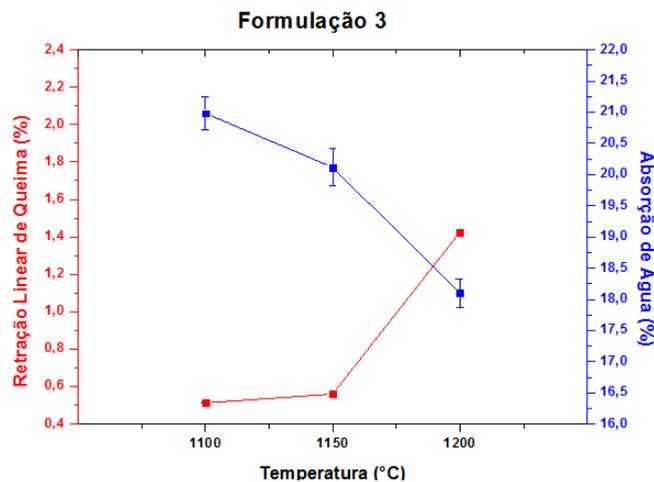


Figura 13: Curvas de gresificação da formulação 3.

4 CONCLUSÕES

Com a difratometria de raios x, foi possível analisar as transformações microestruturais ocorridas nas diferentes temperaturas de sinterização dos corpos de prova, além do conhecimento da presença da fase mulita, importante para o

comportamento mecânico do material. Conclui-se também que a faixa de temperatura em que os corpos de prova podem apresentar melhores propriedades mecânicas é a de 1150 a 1200°C, devido à presença da fase mullita em todas as formulações.

Na análise de microscopia eletrônica de varredura pôde ser confirmada a presença desta estrutura, que foi indicada nas imagens. A análise termogravimétrica mostrou que as formulações se comportaram conforme o esperado, com três picos distintos presentes nas curvas, que puderam ser entendidos pelo conhecimento da composição das amostras. Por fim, as curvas de gresificação indicam que a faixa de temperatura em que ocorre o melhor equilíbrio entre as propriedades é a de 1150 a 1200°C.

5 REFERÊNCIAS

- 1 GOMES, C. F. Argilas - O que são e para que servem. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, PT, 1988.
- 2 BARBA, A.; et al. Materias primas para la fabricación de baldosas cerâmicas. Castellón: Instituto de Tecnología Cerámica – AICE, 1997.
- 3 FISHER, R. X.; SCHNEIDER, H., VOLL, D. Formation of aluminium rich 9:1 mullite and its transformation to low alumina mullite upon heating. Journal of the European Ceramic Society, v16, p.109-113, 1996.
- 4 KLEEBE, H.; et al. Conversion of Al₂O₃-SiO₂ powder mixtures to 3:2 mullite following the stable or metastable phase diagram. Journal of the European Ceramic Society, v.21, p.2521-2533, 2001.
- 5 SCHNEIDER, H.; SCHREUER, J.; HILDMANN, B. Structure and properties of mullite-A review. Journal of the European Ceramic Society, v.28, p.329-344, 2008.
- 6 MELCHIADES, F. G; QUINTEIRO, E; BOSHI, A. O. A Curva de Gresificação: Parte I Cerâmica Industrial, 01, 04/05, Agosto/Dezembro, 1996.

STUDY OF CERAMIC MASS PRODUCED WITH RAW MATERIALS FROM THE AMAZON REGION

ABSTRACT

This work aims to show the results of the study on formulations of ceramic bodies produced with raw materials from the Amazon region. Formulations were prepared using different proportions of clay, quartz, feldspar and kaolin. The specimens were burned at temperatures of 1100, 1150 and 1200 ° C. Based on the linear firing shrinkage and water absorption of the samples were raised vitrification curves. The microstructural characterization of the specimens was performed by X-ray diffraction, thermogravimetry and scanning electron microscopy. In the vitrification curves was observed that the balance between firing shrinkage and water absorption appears at temperatures between 1150 and 1200 ° C. In the microstructural characterization was detected formation of mullite in the burned samples from 1100 ° C.

Key-words: ceramic masses, vitrification curves, microstructural characterization, mullite.