



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
CENTRO DE TECNOLOGIA



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

TESE DE DOUTORADO

O EFEITO DA TECNOLOGIA DE MICROONDAS NAS PROPRIEDADES
TECNOLÓGICAS DOS COMPONENTES DE CERÂMICA ESTRUTURAL

Jota Carlos Luz

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Paskocimas

Co-Orientador: Prof. Dr. Eng. Rubens Maribondo do Nascimento

Tese n.º /PPGCEM

Agosto/ 2012
Natal - RN

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
CENTRO DE TECNOLOGIA

PROGRAMA DE POS-GRADUACAO EM
CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS

TESE DE DOUTORADO

**EFEITO DA TECNOLOGIA DE MICROONDAS NAS PROPRIEDADES
TECNOLÓGICAS DOS COMPONENTES DE CERÂMICA ESTRUTURAL**

JOTA CARLOS LUZ

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciências e Engenharia de Materiais.

Tese nº /PPGCEM

Orientadores:

Prof. Dr. Carlos Alberto Paskocimas

Prof. Dr. Eng. Rubens Maribondo do Nascimento

Agosto de 2012
Natal - RN

LUZ, Jota Carlos – Efeito da tecnologia de microondas nas propriedades tecnológicas dos componentes de cerâmica estrutural, Tese, UFRN, Programa de Pós – graduação em Ciências e Engenharia de materiais. Grande Área: Engenharia de materiais e metalúrgica. Áreas de Concentração: Materiais Cerâmicos. Natal/RN, Brasil.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Paskocimas

Co-Orientador: Prof. Dr. Eng. Rubens Maribondo do Nascimento

RESUMO: O processamento térmico de materiais cerâmicos via energia de microondas, no estágio atual, vem ganhando cada dia mais importância, tendo em vista suas inúmeras aplicações, como por exemplo: aplicação de microondas na área de processamento mineral (aquecimento de minérios antes da moagem, secagem, redução carbotérmica de óxidos minerais, lixiviação, fusão, pré-tratamento de minérios e concentrados de ouro refratário, regeneração de carvão, etc. de acordo com Kigman & Rowson, 1998). Em virtude de uma série de vantagens em potencial, frente aos métodos convencionais de aquecimento, como redução no tempo de processamento; economia de energia; diminuição do diâmetro médio das partículas e melhoramento nas propriedades tecnológicas em geral, esta tecnologia vem se destacando. Neste contexto, o objetivo geral deste trabalho, é desenvolver uma pesquisa visando identificar e caracterizar novas opções de matérias-primas cerâmicas como argilas, feldspatos e caulins que sejam eficazes para definir a formulação de uma ou mais massas para produção de componentes de cerâmica estrutural com propriedades físicas, mecânicas e estéticas adequadas após passarem por sinterização convencional e por energia de microondas destacando as vantagens desta última. Além dos requisitos técnicos e de processo, as formulações apresentadas deverão atender às expectativas de preço e de logística de fornecimento. No estudo foram conformados corpos-de-prova por extrusão e prensagem, sinterizados em fornos microondas e convencional, sob ciclos de queima mais rápidos que os atualmente praticados. As matérias-primas foram caracterizadas e analisadas, utilizando as técnicas de fluorescência por raios X (FRX), difração por raios X (DRX), análise térmica diferencial (DTA), análise térmica gravimétrica (DTG), análise granulométrica (AG), microscopia eletrônica de varredura (MEV), absorção d'água (AA), massa específica aparente (MEA), porosidade aparente (PA), retração linear (RL) e tensão de ruptura e flexão (TRF). Os resultados obtidos indicaram que as propriedades tecnológicas de Absorção de água (AA) e Tensão de Ruptura e flexão (TRF), proposto no trabalho foram adquiridos com sucesso e estão bem além do limite exigido pelas especificações das normas da ABNT NBR 15.270/05 e 15.310/09

Palavras-chave: Microondas. Sinterização. Cerâmica estrutural.

ABSTRACT

The thermal processing of ceramic materials via microwave energy, at this stage, is gaining more and more importance in view of its numerous applications, such as: application of microwaves in the area of mineral processing (heating ore before milling, drying carbothermic reduction of oxides mineral leaching, melting, pre-treatment of ores and concentrates of refractory gold, regeneration of coal, etc. according Kigman & Rowson, 1998). Due to a number of potential advantages, compared to conventional heating methods, such as reduction in processing time, energy saving, reduction in average particle diameter; improving the technological properties in general. In this context, the aim of this work is to develop a survey to identify and characterize new options for ceramic raw materials such as clay, feldspar and kaolin that are effective in defining the formulation of one or more mass production of components for structural ceramics with physical, mechanical and aesthetic after undergoing appropriate and conventional sintering by microwave energy. In addition to the technical requirements and process, the formulations presented must meet the expectations of price and supply logistics. The study conformed body-of-evidence by extrusion and pressing, sintered in conventional and microwave ovens under firing cycles faster than currently practiced. The raw materials were characterized and analyzed using the techniques of X-ray fluorescence (XRF), x-ray diffraction (XRD), differential thermal analysis (DTA), thermal gravimetric analysis (DTG), particle size analysis (AG), microscopy scanning electron (SEM), d'agua absorption (AA), apparent specific gravity (MEA), apparent porosity (AP), linear shrinkage (RL) and tensile and flexural (TRF). The results indicated that the technological properties of water absorption (AA) and Stress Rupture and flexion (TRF), the proposed work were acquired successfully and are well beyond the limit required by the specifications of ABNT NBR 15.270/05 and 15.310/09

Keywords: Microwave. Sintering. Structural Ceramics.

SUMÁRIO

RESUMO	3
ABSTRACT	4
LISTA DE FIGURAS.....	8
LISTA DE TABELAS.....	13
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS	15
1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1 Matérias-Primas Cerâmicas.....	21
2.1.1 Argila.....	21
2.2 Componentes não-argilosos.....	26
2.3 Cerâmica Vermelha	26
2.4 Composição de Massas para Cerâmica Vermelha	27
2.4.1 Massa Simples	28
2.4.2 Massa Composta.....	28
2.4.3 Histórico da cerâmica vermelha	30
2.5 Processo Produtivo da Indústria de Cerâmica Vermelha	32
2.6 Reações Produzidas Durante a Queima	36
2.7 Fases da Queima.....	37
2.8 Processamentos por microondas.....	38
2.8.1 Interação entre microondas e o material	39
2.8.2 Mecanismos de transporte de calor	42
2.9 Panorama socioeconômico do setor cerâmico.....	44
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	49
3.1 Matérias-primas	51
3.1.1 Caracterizações das matérias-primas.....	51
3.1.2 Análise granulométrica	51
3.1.3 Limites de Atterberg	52

3.1.4 Análises químicas por fluorescência de raios x (FRX)	52
3.1.5 Análise mineralógica por difração de raios x (DRX).....	52
3.1.6 Análises térmicas	53
3.1.7 Análise Dilatométrica.....	53
3.2 Caracterização das matérias-primas – ensaios tecnológicos	54
3.2.1 Retração linear de queima	54
3.2.2 Absorção de água	54
3.2.3 Porosidade aparente.....	55
3.2.4 Massa Específica Aparente	55
3.2.5 Resistência mecânica	56
3.3 Formulações das matérias-primas.....	57
3.4 Propriedades Tecnológicas.....	57
3.4.1 Absorção de Água	58
3.4.2 Porosidade Aparente	58
3.4.3 Massa Específica Aparente	59
3.4.4 Tensão de Ruptura à Flexão	59
3.4.5 Análise Dilatométrica.....	60
3.4.6 Análise Microestrutural.....	60
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	63
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS.....	63
4.1.1 Análise química por fluorescência de raios X.....	63
4.1.2 Análises Granulométricas.....	64
Distribuição de Tamanho de Partículas	64
4.1.3 Avaliação da Plasticidade	66
4.1.4 Análises Mineralógicas por Difração de Raios X (DRX)	67
4.1.5 Análise Térmica Diferencial (DTA).....	70
4.1.6 Análise Térmica Gravimétrica (DTG)	72
4.1.7 Análise Dilatométrica.....	75

4.2 Caracterização dos corpos cerâmicos Sinterizados em Forno Convencional.....	78
Propriedades Tecnológicas	78
4.3 Caracterizações das formulações	87
Propriedades Tecnológicas	87
Resumo das Propriedades Tecnológicas	102
Formulações Prensadas sinterizadas em Forno Convencional e Microondas.....	102
Resumo das Propriedades Tecnológicas (PT) das Formulações Extrudadas sinterizadas em Forno Convencional e Microondas.....	112
5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS PARA TRABALHOS FUTUROS	149
REFERÊNCIAS	152

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura dos tetraedros de SiO_4 (PINHEIRO, R., UFSM).	22
Figura 2 – Estrutura dos octaedros de gibsita $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ (PINHEIRO, R., UFSM)	23
Figura 3 – Arranjos atômicos formados pelos tetraedros de SiO_4 e pelos octaedros de alumínio nos argilominerais (PINHEIRO, R., UFSM).	23
Figura 4 – Representação da estrutura das caulinitas (PINHEIRO, R., UFSM)	24
Figura 5 - Representação esquemática da estrutura das montmorilonita (Pinheiro, UFSM).	24
Figura 6 - Representação esquemática da estrutura das ílitas (Pinheiro, UFSM).	25
Figura 7 - Principais setores cerâmicos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação (adaptado de Motta por FIGUEIREDO, S. C. (2008), 2001).	29
Figura 8 – Produtos de Cerâmica Estrutural (SENAI, 2010).	30
Figura 9 - Maromba utilizada na conformação por extrusão de cerâmica estrutural.	35
Figura 10 – Forno do Tipo Túnel.	36
Figura 11 - Padrão de aquecimento em a) forno convencional e b) forno de microondas (MENEZES e KIMINAMI, 2007)	40
Figura 12 - Fluxograma detalhando a metodologia utilizada.	49
Figura 13 - Forno de microondas doméstico (potência 1,5kVa , corrente igual a 7A e tensão igual 220V - frequência de 2,45 GHz) modificado para tratamentos térmicos até 1200°C.	50
Figura 4.1 – Distribuição granulométrica da Argila 01.	62
Figura 4.2 Distribuição granulométrica da Argila 02.	63
Figura 4.3 Distribuição granulométrica da Argila 03.	63
Figura 4.4 – Difratoograma de Raios-X da Argila 01.	66
Figura 4.5 – Difratoograma de Raios-X da Argila 02	66
Figura 4.6 – Difratoograma de Raios-X da Argila 03	67
Figura 4.7 - Curva DTA da Argila 01	68

Figura 4.8 - Curva DTA da Argila 02	69
Figura 4.9 - Curva DTA da Argila 03	70
Figura 4.10 - TG e DTG da Argila 01	71
Figura 4.11 - TG e DTG da Argila 02	72
Figura 4.12 - TG e DTG da Argila 03	73
Figura 4.13 – Dilatometria da Argila 01	74
Figura 4.14 – Dilatometria da Argila 02	74
Figura 4.15 – Dilatometria Argila 03	75
Figura 4.16 - Absorção d'água dos corpos de prova com patamar de 15minutos.	77
Figura 4.17 - Absorção d'água dos corpos de prova com patamar de 60minutos	77
Figura 4.18 - Porosidade aparente dos corpos de prova com patamar de 15minutos.	79
Figura 4.19 - Porosidade aparente dos corpos de prova com patamar de 60 minutos	79
Figura 4.20 - Massa específica aparente dos corpos de prova com patamar de 15minutos.	81
Figura 4.21- Massa específica aparente dos corpos de prova com patamar de 60minutos	81
Figura 4.22 - Retração Linear dos corpos de prova com patamar de 15minutos.	82
Figura 4.23 - Retração Linear dos corpos de prova com patamar de 60minutos.	83
Figura 4.24 - Tensão de ruptura e flexão dos corpos de provas com patamar de 15minutos.	84
Figura 4.25 - Tensão de ruptura e flexão dos corpos de prova com patamar de 60minutos.	84
Figura 4.26 – Absorção de água das formulações patamar de 15minutos.	87
Figura 4.27 – Absorção de água das formulações com patamar de 60minutos.	87
Figura 4.28 – Porosidade aparente das formulações com patamar de 15minutos	89
Figura 4.29 – Porosidade aparente das formulações patamar 60min	89
Figura 4.30 – Massa específica aparente das formulações patamar de 15minutos.	91
Figura 4.31 – Massa específica aparente das formulações patamar de 60minutos.	91
Figura 4.32 – Retração linear das formulações patamar de 15minutos.	93

Figura 4.33 – Retração linear das formulações patamar de 60minutos	93
Figura 4.34 – Tensão de ruptura e flexão das formulações patamar 15min.	95
Figura 4.35 – Tensão de ruptura e flexão das formulações patamar 60min.	95
Figura 4.36-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 850 °C com patamar de 15 minutos.	101
Figura 4.37-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 850 °C com patamar de 60 minutos.	102
Figura 4.38-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 1000 °C com patamar de 15 minutos.	103
Figura 4.39-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 1000°C com patamar de 60 minutos.	104
Figura 4.40 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 15minutos.	105
Figura 4.41 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 60minutos.	106
Figura 4.42 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 1000 °C com patamar de 15minutos.	107
Figura 4.43 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 1000 °C com patamar de 60minutos.	108
Figura 4.44 – Resultados da absorção de água (AA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.	111
Figura 4.45 – Resultados da absorção de água (AA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.	112
Figura 4.46 – Resultados da porosidade aparente (PA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.	113
Figura 4.47 – Resultados da porosidade aparente (PA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.	113
Figura 4.48 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 15minutos.	115
Figura 4.49 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 60minutos.	116
Figura 4.50 – Resultados da massa específica aparente (MEA g/m ³) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.	117
Figura 4.51 – Resultados da massa específica aparente (MEA g/m ³) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.	119
Figura 4.52 – Resultados da retração linear (RL %) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.	120
Figura 4.53 – Resultados da retração linear (RL %) das Formulações	121

sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.	
Figura 4.54 – Resultados dos DRX da Formulação 1 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	122
Figura 4.55 – Resultados dos DRX da Formulação 2 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	123
Figura 4.56 – Resultados dos DRX da Formulação 3 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	123
Figura 4.57 – Resultados dos DRX da Formulação 4 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	124
Figura 4.58 – Resultados dos DRX da Formulação 5 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	124
Figura 4.59 – Resultados dos DRX da Formulação 6 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.	125
Figura 4.60 – Resultados dos DRX da Formulação 1(FA) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	126
Figura 4.61 – Resultados dos DRX da Formulação 2(FB) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	127
Figura 4.62 – Resultados dos DRX da Formulação 3 (FC) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	127
Figura 4.63 – Resultados dos DRX da Formulação 4 (FD) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	128
Figura 4.64 – Resultados dos DRX da Formulação 5 (FE) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	128
Figura 4.65 – Resultados dos DRX da Formulação 6 (FF) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.	129
Figura 4.66 – Micrografia da superfície de fratura da formulação 1 conformada por prensagem e sinterizada a 850 °C (patamar: 15 min.) em forno microondas (esquerda) e em forno convencional (direita).	130
Figura 4.67 – Micrografia da superfície de fratura da formulação 1 conformada por prensagem e sinterizada a 1000 °C com patamar de 15 minutos.	131
Figura 4.68 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	133

Figura 4.69 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.	134
Figura 4.70 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850 °C com patamar de 15 minutos.	135
Figura 4.71 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.	136
Figura 4.72 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	137
Figura 4.73 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.	138
Figura 4.74 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F1 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	139
Figura 4.75 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F1 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.	140
Figura 4.76 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	141
Figura 4.77 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.	142
Figura 4.78 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	142
Figura 4.79 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.	143
Figura 4.80 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.	144
Figura 4.81 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.	145

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 - Produção brasileira de Cerâmica Vermelha (109peças). 47
- Tabela 2 - Consumo Brasileiro por Região e Per Capita- 2009. 47
- Tabela 3 - Outros Dados do Segmento de Cerâmica Vermelha. 47
- Tabela 4 – Composições utilizadas para a formulação das massas cerâmicas. 57
- Tabela 5 - Análise química semi-quantitativas das matérias-primas. 61
- Tabela 6 - Diâmetro médio das partículas e classificação das matérias-primas. 64
- Tabela 7 - Limite de liquidez, limite de plasticidade, índice de plasticidade, classificação e tipo de matérias-primas. 65
- Tabela 8 - Classificação da plasticidade baseada no índice de plasticidade. 65
- Tabela 9- Absorção de água (AA%). 76
- Tabela 10 - Porosidade aparente (PA%). 78
- Tabela 11 - Massa específica aparente – MEA (g/cm³). 80
- Tabela 12 - Retração linear (RL%). 82
- Tabela 13 - Tensão de Ruptura e Flexão – TRF (MPa). 83
- Tabela 14 – Composições utilizadas para a formulação das massas cerâmicas. 85
- Tabela 15 – Absorção de água (AA%). 86
- Tabela 16 - Porosidade aparente (PA%). 88
- Tabela 17 - Massa específica aparente – MEA (g/cm³). 90
- Tabela 18 - Retração linear (RL%). 92
- Tabela 19 - Tensão de Ruptura e Flexão – TRF (MPa). 94
- Tabela 20 - Absorção de água (AA%). 96
- Tabela 21 - Porosidade Aparente (PA%). 97
- Tabela 22 - Massa Especifica Aparente (MEA g/cm³). 98
- Tabela 23 - Retração Linear (RL%). 98
- Tabela 24 - Tensão de Ruptura e Flexão (Mpa). 99
- Tabela 25 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min. 101

- Tabela 26 – Parâmetros usados nas especificidades dos componentes da cerâmica. 102
- Tabela 27 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min. 103
- Tabela 28 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 1000 °C com patamar de 15min. 105
- Tabela 29 - Resultados TRF(MPa) dos CP's Sinterizados a 1000 °C com patamar de 60min. 107
- Tabela 30 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min. 110
- Tabela 31 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min. 111
- Tabela 32 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min. 117
- Tabela 33 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min. 118

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AA	Absorção de água
ABNT	Associação brasileira de normas técnicas
AG	Análise granulométrica
CD	Coefficiente de distribuição
CP's	Corpos-de-prova
CTGÁS	Centro de tecnologia do gás
D10	Diâmetro no qual 10% das partículas estão abaixo dele
D60	Diâmetro no qual 60% das partículas estão abaixo dele
D90	Diâmetro no qual 90% das partículas estão abaixo dele
DM	Diâmetro médio das partículas
DRX	Difração de raios X
DTA	Análise térmica diferencial
FRX	Fluorescência de raios X
IP	Índice de plasticidade
IT	Inovação tecnológica
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de plasticidade
MEA	Massa específica aparente
PA	Porosidade aparente
PT	Propriedades tecnológicas
RLq	Retração linear após a queima
TGA	Análise termogravimétrica
Tq	Temperatura de queima
TRF	Tensão de ruptura à flexão
UFRN	Universidade Federal do Rio Grande do Norte

Capítulo 1

Introdução

1 INTRODUÇÃO

A indústria de cerâmica estrutural atende a uma demanda enorme de inúmeras variedades e quantidades de produtos (blocos vazados e telhas, por exemplo) e por isso há a necessidade de utilizar grandes quantidades de energia para produzir produtos com as propriedades adequadas. Com isso, é de grande relevância o conhecimento de ciclos ideais de queima para otimização do gasto de energia, no menor espaço de tempo possível.

Para otimização dos processos industriais que utilizam grandes quantidades de energia térmica é preciso estudar a matriz energética. O tipo de material e suas propriedades finais desejadas dependem do ciclo de queima (variáveis como temperatura, taxa de aquecimento, taxa de resfriamento, patamares e etc.) em acordo com REED, J. S. (1995); FIGUEIREDO, S. C. (2008) e DUTRA, R. P. S. (2007).

Com relação à etapa de queima, as indústrias de cerâmica estrutural pouco se modernizaram ao longo dos anos. Devido à utilização de fornos antigos e de uma matriz energética não adequada, os atuais ciclos de queima são superiores a 20, 24 e 36 horas. Além da produção de tijolos, cerca de 35% da matriz energética do Nordeste brasileiro usa, como forma de energia e de combustível, a queima do carvão e da lenha (Notícia SEMAR, 2011). Uma grande parte das indústrias cerâmicas utiliza para queima de seus produtos, fornos do tipo contínuo formato túnel (somente uma cerâmica) e intermitentes formato abóboda, garrafão, paulistinha e Hoffman (as demais cerâmicas).

A tecnologia de microondas vem atraindo nos últimos anos, um grande interesse das indústrias e de pesquisadores. Esta tecnologia, fonte de energia não-convencional, pode ser considerada uma alternativa ao tratamento térmico convencional (VASCONCELOS et al., 2007; METAXAS, A. C. 1995; BERNÈDE, J. C. e ASSMANN, L. 2000; JUNG et al., 2002; BREWER et. al, 1992). Segundo Vasconcelos et al. (2007), o aquecimento rápido e volumétrico associado à energia das microondas vem sendo aplicado a vários processos, tais como a obtenção de materiais cerâmicos, análise química, tratamento de lixo, secagem, síntese de polímeros, decomposição de materiais etc. O aquecimento resultante de microondas tem menor custo de energia e menor tempo de processamento para muitos processos industriais. Com relação à cerâmica, ele pode ser usado para síntese, sinterização ou secagem. Devido às perdas de calor a partir da superfície da amostra, o gradiente térmico obtido pelo aquecimento por

microondas ocorre de forma inversa àqueles observado em sistemas de aquecimento convencional. Isto é, a temperatura do núcleo da amostra aquecida a partir de microondas é maior do que a do ambiente que rodeia. Ao combinar aquecimento radiante e o aquecimento por microondas, os gradientes térmicos podem ser substancialmente reduzidos para se obter uma amostra uniformemente aquecida (BROSNAN, K. H., MESSING, G. L. e AGRAWAL, D. K., 2003 e SUTTON, W., 1989).

A aceleração das reações químicas, no processamento com microondas, resulta da interação da energia das microondas com o material. Esta interação ocorre por intermédio de efeitos térmicos e não térmicos. Efeitos térmicos podem resultar da agitação e fricção de íons ou moléculas causadas pelo mecanismo de polarização iônica e dipolar. O mecanismo de polarização funciona de acordo com a variação do campo elétrico e neste caso, o campo elétrico oscila a uma alta frequência. Os efeitos não-térmicos podem resultar do aumento da taxa de difusão, da diminuição da energia de ativação pela polarização, por altas temperaturas localizadas em regiões microscópicas ou por relaxação dielétrica (VASCONCELOS et al., 2007; KOMARNENI et al., 2002; LEE et al., 2002; BROSNAN, K. H.; MESSING, G. L. e AGRAWAL, D. K., 2003).

Pesquisas da UFSCar foram uma das pioneiras no país a estudar o processamento de cerâmicas utilizando energia de microondas, o grupo obteve sucesso em várias sínteses de nanomateriais e compósitos, e também na sinterização de cerâmicas avançadas. Diante de tanto sucesso no processamento de material cerâmico avançado usando a energia de microondas, o presente trabalho propõe o uso da energia de microondas para produzir peças cerâmicas estruturais com qualidade para atender às especificações.

Este trabalho foi desenvolvido objetivando avaliar o efeito do Processo de sinterização dos Componentes de Cerâmica Estrutural nos fornos microondas e convencional. Observando a evolução nas propriedades tecnológicas e verificando se as mesmas estão de acordo com as especificações da NBR 15.270(2005) e NBR 15.310(2009) da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT.

Dentro deste contexto a pesquisa foi programada para cumprir uma etapa experimental capaz de seguir tais objetivos específicos:

- Caracterizar matérias primas e as formulações argilosas a fim de identificar as propriedades físicas, química e mecânica destes materiais e selecionar algumas destas amostras para serem submetidas a diferentes ciclos de queima;

- Desenvolver diferentes ciclos de queima, utilizando a mesma taxa de aquecimento e patamares alternados, a fim de verificar a viabilidade e adequação destas variáveis de queima na qualidade e nas propriedades tecnológicas dos produtos finais;
- Comparar as propriedades tecnológicas e microestruturais dos produtos conformados por extrusão e prensagem, sinterizados em fornos microondas e convencional, submetidos aos diferentes ciclos de queima;
- Estudar, identificar e caracterizar novas opções de matérias-primas cerâmicas como argilas, feldspatos e caulins que sejam eficazes para definir a formulação de uma ou mais massas para produção de componentes de cerâmica estrutural;
- Identificar possíveis alterações microestruturais provenientes de alterações composicionais da massa e/ou condições de queima aos quais as formulações foram submetidas.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O presente capítulo faz uma revisão dos principais assuntos referentes ao tema do trabalho. Inicialmente são descritos a matriz energética que é de fundamental importância para otimização de processos industriais que utilizam grandes quantidades de energia térmica, as características gerais da indústria de cerâmica estrutural, o processo produtivo, os principais produtos do setor alvo do estudo. Em seguida, o capítulo trata da argila, a principal matéria-prima da indústria de cerâmica estrutural e por último a importância da sinterização em microondas.

2.1 Matérias-Primas Cerâmicas

Na indústria cerâmica houve um processo de inovação nos anos 40 e 50 e finalmente, nos anos atuais, com a aplicação de conceitos de produtividade e qualidade, o conhecimento adquirido pelos profissionais da área e seu domínio sobre o controle das variáveis de processo e, principalmente, àqueles relacionados às matérias-primas utilizadas na preparação de massas cerâmicas, onde predominam os argilominerais trouxeram grande inovação para o setor (OLIVEIRA, A. P. N., 2000). As principais matérias primas utilizadas na indústria cerâmica tradicional para preparação da massa são: agalmatolito, argila, bauxito, calcita, caulim, cromita, dolomita, feldspato, filito, granito, magnesita, pegmatito, quartzo, sercicita, silimanita, talco, e wolastonita.

2.1.1 Argila

O termo argila, *lato senso*, não possui sentido mineralógico, pois a ele não é atribuído uma composição química definida. No ano de 1920, Wentworth (1920) desenvolveu um método de análise mecânica de sedimentos e nele estabeleceu que o nome argila seria atribuído aos sedimentos nos quais a granulometria fosse inferior a 1/256 mm ou 0,004mm. Souza Santos (1975) utiliza o termo argila para denominar uma rocha e também uma faixa granulométrica que insere uma determinada dimensão de partículas. Enquanto autores como Zimback (2003), Almeida (2004), Machado (2005) e Branco (2007) classificam a argila como sedimentos com granulometria inferiores a 0,002mm.

A Associação Brasileira de Cerâmica define como um material natural, de textura terrosa, de granulação fina, constituída essencialmente de argilominerais, podendo conter outros minerais como quartzo, mica, pirita, hematita, matéria orgânica e outras impurezas. Os minerais característicos das argilas de acordo com classificação química são silicatos de alumínio ou magnésio hidratados pertencentes aos grupos da caulinita, montmorillonita, illita e também clorita, e vermiculita de granulação fina (FIGUEIREDO, S. C., 2008).

De acordo com Archela (2007), citado por Figueiredo, S. C. (2008) a história de qualquer sedimento argiloso inicia-se com a decomposição do feldspato ou de outros minerais aluminossilicáticos. Isto é resultado do intemperismo, da ação hidrotermal ou de outros materiais que se depositaram como sedimentos fluviais, marinho, lacustres ou eólicos (MACHADO, 2005; MINEROPAR, 2006). Segundo Figueiredo, S. C. (2008), outros sedimentos finamente divididos por não apresentarem a mesma história evolutiva, não são considerados argilominerais.

As propriedades dos argilominerais são definidas pela sua enorme superfície específica (SE) e cargas elétricas predominantemente negativas, o que resulta em grande capacidade de fazer trocas catiônicas (CTC) quando em suspensão aquosa, como resultado tem-se aumentado o grau de acidez ou o pH do solo; tornam-se plásticos quando apropriadamente umedecidos; apresentam grandes variações de volume (por perda de umidade (secagem ou aplicação de pressão) ou aumento de umidade (expansão)); quando na forma de suspensão aquosa apresentam os fenômenos de floculação e de dispersão, esses dependem da concentração e da natureza das substâncias químicas em solução (BRANCO, 2007).

Os principais grupos de argilominerais são caulinitas, montmorilonitas, ilitas, cloritas, camadas mistas e alofanas. A estrutura dos argilominerais é formada por camadas de sílica (SiO_4) e camadas de Gibsita (Hidroxido de alumínio). Na figura 1 e 2 é mostrado o modelo da estrutura básica dessas camadas, respectivamente.

Figura 1 – Estrutura dos tetraedros de SiO_4 (PINHEIRO, R., UFSM).

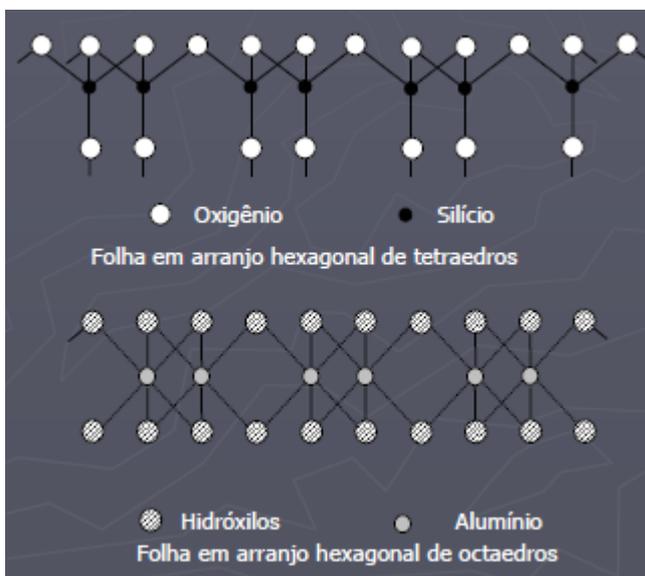


Figura 2 – Estrutura dos octaedros de gibsita $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ (PINHEIRO, R., UFSM)



As estruturas da Figura 3 ilustram a distribuição espacial dos elementos que compõem as unidades estruturais proposto nas estruturas supracitadas.

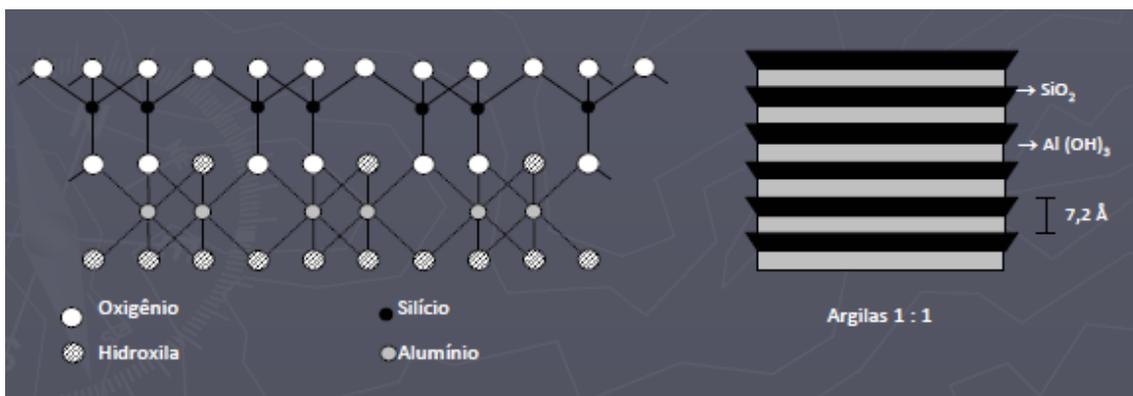
Figura 3 – Arranjos atômicos formados pelos tetraedros de SiO_4 e pelos octaedros de alumínio nos argilominerais (PINHEIRO, R., UFSM).



As lamelas ou folhas são formadas pelo compartilhamento de três dos quatro oxigênios do tetraedro de SiO_4 . Da mesma forma, octaedros contendo um átomo de metal (Al, Mg, ou Fe) no centro e seis átomos de oxigênio nos vértices também formam estruturas bidimensionais através do compartilhamento de átomos de oxigênio, como pode ser visto na Figura anterior.

A classe caulinita ($\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) pode ser representada por argila 1:1 por ser formada estruturalmente por uma monocamada de tetraedros de silício condensada com uma monocamada de octaedros, mostrada na figura 4 (FIGUEIREDO, S. C. 2008; Pinheiro, R., UFSM).

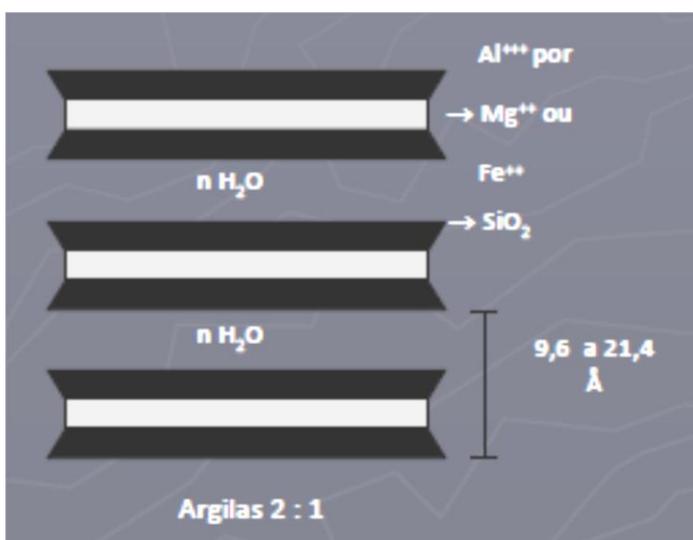
Figura 4 – Representação da estrutura das caulinitas (PINHEIRO, R., UFSM)



A caulinita tem baixa capacidade de troca iônica e forte ligação química entre as camadas no plano de clivagem. Esse tipo de argila é muito usado em indústria de cerâmica, porcelana, papel e borracha (Apresentação UFRGS; Zimback, 2003).

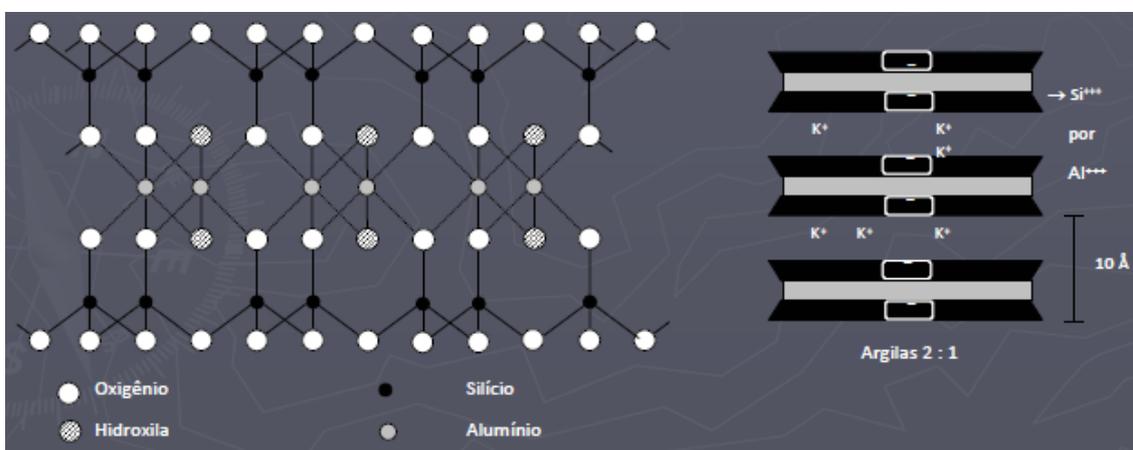
A classe montmorilonita, argilomineral 2:1, é formada por uma camada de octaedros de gipsita entre duas camadas de tetraedros de sílica, contudo o alumínio dos octaedros são substituídos parcialmente ou totalmente por Mg ou Fe. Devido à substituição acontece um excesso de cargas na camada interna da estrutura. Este material apresenta moléculas de água entre as unidades estruturais e por isso a água externa penetra facilmente na sua estrutura ocorrendo grande expansão e alta plasticidade. É um argilo mineral com grande capacidade de adsorção de água (PINHEIRO, R., UFSM). Sua estrutura é observada na figura 5.

Figura 5 - Representação esquemática da estrutura das montmonrilonita (Pinheiro, UFSM).



A illita, também argilomineral 2:1, é semelhante a montmorilonita, mas com substituição parcial dos átomos de silício por alumínio nos tetraedros, como pode ser visto na figura 6. Possuem cargas negativas nas superfícies das unidades estruturais com valências livres nas camadas externas que podem ser neutralizadas por cátions K^+ . Tem pequena capacidade de adsorção de água e permuta catiônica devido a quebra de ligações na camada externa. Quando há poucas substituições de silício por alumínio ocorrem ligações fracas por K^+ e isso permite entrada de água conferindo comportamento próximo ao da montmorilonita.

Figura 6 - Representação esquemática da estrutura das ílitas (Pinheiro, UFSM).



Essas alterações estruturais afetam diretamente nas características de interesse da aplicação dos argilominerais nos processos tecnológicos. Argilas constituídas essencialmente pelo argilomineral caulinita são as mais refratárias, enquanto que os outros, devido à presença de potássio, ferro e outros elementos, têm a refratariedade sensivelmente reduzida. A presença de outros minerais, considerados como impurezas, pode afetar as características de uma argila dependendo da aplicação; por isso muitas vezes é necessário adicionar ou eliminar por processos físicos os minerais indesejáveis.

2.2 Componentes não-argilosos

Segundo Dutra, R. P. S., a fração não-argilosa usada para preparação de massa cerâmica é representada pelos minerais acessórios. São eles: sílica, carbonatos, feldspatos, compostos de ferro e titânio, sais solúveis e matéria orgânica.

Na maioria das argilas a sílica se apresenta na forma de quartzo, sua presença na preparação da massa faz com que a plasticidade diminua quando em quantidade elevada, no entanto na conformação aumenta a permeabilidade, melhorando o processo de secagem. Mas a característica mais importante que o quartzo produz na massa cerâmica é o aumento do coeficiente de dilatação térmica (DUTRA, R. P. S., 2007).

Os principais carbonatos encontrados em materiais argilosos são o carbonato de cálcio, a magnesita e a dolomita. Os carbonatos regulam a porosidade da peça cerâmica, reduzem a expansão por umidade, aumentam a reatividade da massa, entre outros (BARBA, 1997).

Os feldspatos são aluminossilicatos de sódio, cálcio, potássio e bário, com diferentes tipos de ordenamento, como, por exemplo, a albita. São encontrados em maiores quantidades em argilas residuais e raramente em argilas sedimentares. São minerais que têm a função de diminuir a temperatura de formação de fase líquida durante a etapa de queima. Ou seja, são conhecidos por materiais fundentes e por isso são utilizados para diminuir a porosidade de peças cerâmicas (DUTRA, R. P. S. 2007 e SILVA, J. R. R. 2005).

A quantidade de matéria orgânica encontrada nas argilas depende de sua origem e da característica da jazida. A matéria orgânica influencia na cor das peças e nas propriedades do material final.

A presença de outros acessórios depende da jazida onde foi coletada a argila e estas podem influenciar de diferentes maneiras na massa e como consequência alterar propriedades de queima e características das peças resultantes.

2.3 Cerâmica Vermelha

“Testados e utilizados pela humanidade há mais de 10 mil anos, os produtos cerâmicos são os preferidos dos brasileiros por diversas razões e estão presentes em mais de 90% das residências. Produzida a partir dos quatro elementos da natureza, a

cerâmica é 100% natural e não utiliza aditivos insalubres aos ocupantes dos imóveis e ao meio ambiente. Estes produtos são os mais procurados por quem deseja uma construção ecológica com mais conforto térmico e acústico. Os produtos cerâmicos possuem características físico-químicas que resultam em uma condutibilidade térmica inferior aos outros materiais ou, em outras palavras, tem o melhor isolamento termo acústico. Isto permite grandes economias de energia com ar condicionado ou aquecedor ao longo de toda vida útil do imóvel”. Trecho tirado de ANICER, 2011.

A cerâmica vermelha é um material leve e esta característica é valorizada pelos engenheiros e isso lhe confere maior eficiência energética e ecológica. Como os blocos de cerâmicas pesam aproximadamente a metade do peso de seus equivalentes feitos com outros materiais, isso possibilita a economia no consumo de energia no transporte horizontal - das fábricas para os canteiros de obras – e no vertical – nos elevadores dos canteiros. Devido às qualidades estéticas, também são os mais procurados pelos os arquitetos, pois conferem charme aos projetos quando usado de forma aparente (ANICER, 2011).

A indústria de cerâmica vermelha ou cerâmica estrutural fornece ao mercado brasileiro uma grande gama de produtos, veja a seguir. Blocos – Utilizados em alvenarias de vedação ou em alvenarias estruturais não armadas, armadas e pretendidas, têm suas especificações determinadas pela Norma NBR 15.270 (2005), da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT, o que garante mais qualidade para o consumidor. Os blocos se dividem em dois tipos: Blocos de Vedação e Blocos Estruturais. Blocos de Vedação – São utilizados em alvenarias de vedação, principalmente na construção de paredes e muros. No caso de estruturas, é necessária a construção de vigas, pois estes blocos suportam apenas cargas leves. Possuem furos na posição horizontal ou vertical. Sendo estes últimos para alvenaria de vedação racionalizada. Blocos Estruturais - São utilizados em alvenarias estruturais. Além de função de vedação, tem função estrutural, pois suportam cargas oriundas da edificação. Seu emprego permite construir edificação sem o uso de vigas e pilares (ANICER, 2011).

2.4 Composição de Massas para Cerâmica Vermelha

De acordo com RIBEIRO (2003), a composição das argilas e, conseqüentemente, da massa vermelha determina parcialmente a plasticidade de

trabalho. De forma genérica pode-se afirmar que a maioria das massas de cerâmicas vermelhas para extrusão é constituída fundamentalmente por duas argilas, uma muito plástica (frequentemente ilítica ou ilítico-montmorilonítica) e por outra pouco plástica (normalmente muito siliciosa).

Na abordagem do assunto *argilas*, tratou-se basicamente de assuntos estruturais das mesmas. O objetivo neste capítulo é identificar na prática, ou seja, na elaboração da massa cerâmica, como esses elementos comportam-se e quais modificações físico-químicas ocorrem até que se alcancem as propriedades requeridas para os produtos cerâmicos.

As possibilidades de composição de massas cerâmicas usadas nos diversos segmentos da indústria cerâmica são objeto do estudo dos itens subseqüentes.

2.4.1 Massa Simples

As massas simples são formadas por uma só matéria-prima, que apresenta as proporções ideais entre os minerais, que permitem a manufatura da peça cerâmica. Um exemplo é a massa para a fabricação de telhas, tijolos e etc. Tratam-se das massas obtidas apenas pela homogeneização de argila, podendo conter, às vezes, a mistura de mais de uma argila, ou de materiais argilo-arenosos (MOTTA, 2002). Essa formulação de massa busca, em geral de forma empírica, uma composição ideal de plasticidade e fusibilidade, para propiciar trabalhabilidade e resistência mecânica na queima (FIGUEIREDO, 2008). A preparação da massa é feita geralmente através da mistura de uma argila “gorda“, que é caracterizada pela alta plasticidade, com uma argila “magra“, esta rica em quartzo e menos plástica, podendo ser caracterizada também como material redutor de plasticidade (MOTTA, 2001).

2.4.2 Massa Composta

De acordo com trecho tirado de FIGUEIREDO, a massa composta trata-se de mistura de diversas matérias-primas na massa. Tratam-se, por exemplo, das massas triaxiais de porcelana e das massas de louça sanitária e de revestimentos via-úmida. As matérias-primas que compõem a massa, sobretudo a massa composta, podem ser agrupadas em plásticas e não-plásticas. As matérias-primas plásticas conferem

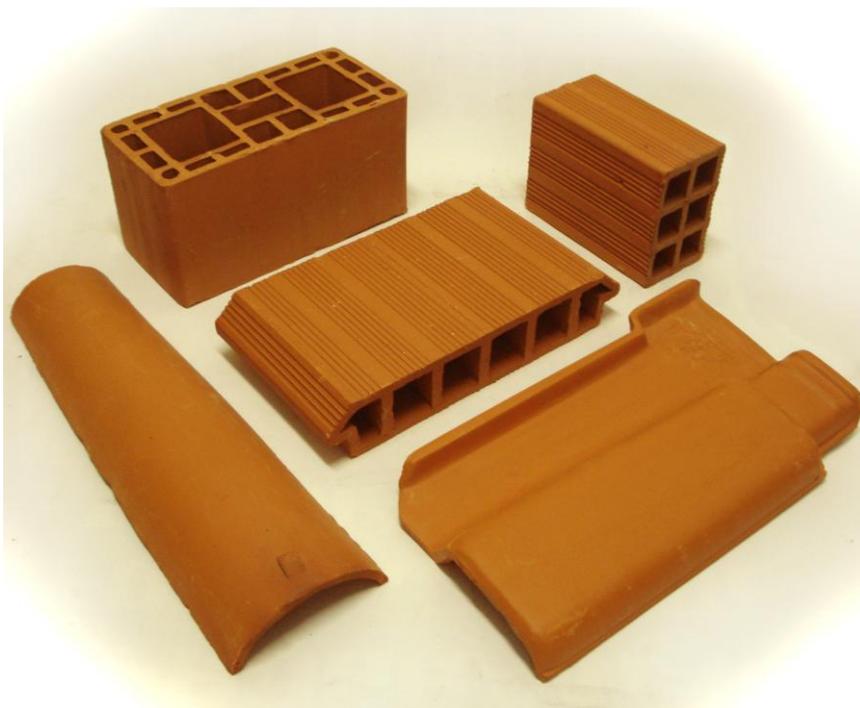
importantes características na fase de conformação das peças cerâmicas, tais como trabalhabilidade e resistência mecânica a cru, e no processamento térmico, como estrutura e cor. As matérias-primas não-plásticas também atuam nas fases de conformação e secagem, diminuindo a retração das peças e favorecendo a secagem; e na fase do processamento térmico, quando desempenham o papel mais relevante, controlando as transformações, deformações e a sinterização. Devido principalmente ao seu papel na fase de queima, os materiais não plásticos são ainda qualificados de inertes, vitrificantes e fundentes. Na figura 7 são mostrados os principais setores cerâmicos e seus respectivos materiais utilizados.

Figura 7 - Principais setores cerâmicos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação (adaptado de Motta por FIGUEIREDO, S. C. (2008), 2001).

CLASSIFICAÇÃO		PRODUTO	Matéria-prima								Moagem Via Úmida	Moagem Via Seca	Processo de conformação				Temperatura de Queima (°C)					
Tipo de Cerâmica	Grup/Setor		Plástica	Não Plástica									Extrusão	Tornearia	Prensagem	Colagem	800	900	1000	1100	1200	> 1200
			Argila Comum	Argila Plástica	Caulim	Feldspato	Filito	Talco	Calcário	Quartzo												
Cerâmica silicática de base argilosa (ou tradicional)	Cerâmica Vermelha	Blocos, Lages	P																			
		Telha	P			O								P								
		Agregado Leve	P																			
P	Processo ou Composição Principal (>20%)	S	Processo ou Composição Secundária (<10%)								O	Processo ou Composição Ocasional										

De acordo com FONSECA (1999) em seu estudo sobre matérias-primas fundentes, esses materiais são responsáveis pela formação das fases líquidas no processo de queima de corpos cerâmicos. Este líquido formado vai tendo a sua quantidade aumentada e a sua viscosidade diminuída à medida que se aumenta a temperatura, durante a queima. Com isso, os poros antes presentes, vão sendo preenchidos e o corpo se densifica. Na Figura 8 são mostradas algumas peças sinterizadas obtidas a partir da cerâmica vermelha.

Figura 8 – Produtos de Cerâmica Estrutural (SENAI, 2010).



2.4.3 Histórico da cerâmica vermelha

No Brasil, há mais de 2000 anos, antes mesmo da sua “descoberta” pelos portugueses, já existia a atividade de fabricação de cerâmicas, representada por potes, baixelas e outros artefatos cerâmicos. A cerâmica mais elaborada foi encontrada na Ilha de Marajó; do tipo marajoara, tem sua origem na avançada cultura indígena da Ilha. Entretanto, estudos arqueológicos indicam que a presença de uma cerâmica mais simples ocorreu na região amazônica, há mais de 5000 anos atrás (ANFACER, 2010).

No que tange à cerâmica vermelha, as escassas e imprecisas informações referem-se à utilização no período Colonial, a partir de técnicas de produção rudimentares introduzidas pelos jesuítas, que necessitavam de tijolos para construção de colégios e conventos. A partir de 1549, com a chegada de Tomé de Sousa ao país, é estimulada a produção material de construção para o desenvolvimento de cidades mais bem planejadas e elaboradas. Em 1575 há indícios do uso de telhas na formação da vila que viria a ser a cidade de São Paulo/SP. E foi a partir desse estímulo que começa a se desenvolver a atividade cerâmica de forma mais intensa, sendo as olarias o marco inicial da indústria em São Paulo. Com maior concentração nas últimas décadas do século

XIX, a produção nas olarias se dava por meio de processos manuais, e em pequenos estabelecimentos, e tinham como produto final tijolos, telhas, tubos, manilhas, vasos, potes e moringas, os quais eram comercializados localmente (SEBRAE/ESPM, 2010).

A utilização de produtos cerâmicos, obtidos por cozimento de argilas, primeiro ao sol depois em fornos, iniciou-se em lugares de escassez de pedras e abundância de materiais argilosos. A própria bíblia registra o uso de tijolos na construção da torre de Babel (PETRUCCI, 1995).

A história da cerâmica retorna a pré-história, pois logo após o homem começar a usar o fogo, ele aprendeu que o calor fixava a forma dos materiais terrosos e tendiam a torna-los estáveis na água. Antigos produtores de tijolos cerâmicos queimados aprenderam sua arte baseando-se na experiência sem ter conhecimento real do processo que a finalizava. Eles aprenderam rapidamente que as argilas tinham propriedades diferentes e para cada produto existia um tipo específico de argila (GRIM, 1962).

Pode-se observar que a história da cerâmica está interligada com a própria história da civilização. A arte da cerâmica prosperou entre quase todas as civilizações ao mesmo tempo, refletindo nas formas e nas cores, o ambiente e a cultura dos diversos povos. Do calor do sol, para os fornos atuais utilizados para tornar as peças mais firmes, a história da cerâmica percorreu e auxiliou no cotidiano de todos os povos (ANFACER, 2010).

De acordo com Verçoza (1987), com a utilização de diversos barros, provavelmente com o ponto de fusão mais baixo, surgiram os vidrados e os vitrificados. No ano 4.000 a.c os assírios já obtinham cerâmica vidrada. No Japão as peças cerâmicas mais antigas conhecidas por arqueólogos foram encontradas na área ocupada pela cultura Jomon, há cerca de 8.000 anos, talvez mais, na china e no Egito, por exemplo, a cerâmica já tem mais de 5.000 anos. Nas tumbas dos faraós do Antigo Egito, vários vasos de cerâmicas continham vinhos, óleos e perfumes para fim religiosos (ANFACER, 2010).

Segundo Anfacer (2010) o avanço nos conhecimentos das ciências dos materiais proporcionou a humanidade o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas diversas áreas, tais como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a exigir materiais com qualidade elevada. Como alguns exemplos, podemos citar: naves espaciais, satélites, usinas nucleares, materiais para implantes em seres humanos, aparelho de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidades, gases e outros), ferramenta de corte, brinquedos,

acendedor de fogão, etc. Apesar da guerra movida por outros materiais de construção os produtos cerâmicos continuam em uso e em evidencia devido as suas qualidades de resistência mecânica, estética, conforto e baixo custo (PETRUCCI, 1995; GARCIA, R. C. 2009; ARAUJO, J. F. 2008).

Segundo Verçoza (1987), define-se cerâmica como sendo uma pedra artificial, obtida pela moldagem, secagem e cozedura de argilas ou misturas contendo argilas. O termo “cerâmica” abrange todos os materiais utilizados na engenharia ou produtos químicos inorgânicos, exceto os metais e suas ligas que ficam utilizáveis geralmente pelo tratamento em temperaturas elevadas (SANTOS, 1989). Ainda segundo esse autor a cerâmica é ramo da indústria no qual “minerais de composição inconstante e pureza incerta são submetidos a temperatura mal definidas, durante período de tempo que fazem reações desconhecidas ocorrerem de forma incompleta, originando produtos heterogêneos e não estequiométricos, denominados materiais cerâmicos”. De acordo com Cabral Jr. et al. (2005) as argilas utilizadas nas indústrias de cerâmica vermelha ou, como também conhecida na literatura técnicas, argilas comuns abrange uma grande variedade de substancias minerais de natureza argilosa.

Cerâmica vermelha ou estrutural compreende os materiais empregados na construção civil tais como: tijolos, telhas, ladrilho de piso, manilhas, elementos vazados, cerâmica utilitária e também agregados leves de argila expandida. A cerâmica vermelha é uma das indústrias mais difundidas e é um dos poucos campos da cerâmica em que uma matéria-prima, a argila é moldada na forma final de utilização e queimada sem adição de outro minério (SANTOS, 1989). A cerâmica vermelha é o segmento cerâmico de maior volume de movimentação de materiais, estando presente na maioria das construções no Brasil. Os produtos da cerâmica vermelha tem pouca exigência de qualificação em sua aplicação, sua participação no volume de uma obra pode ultrapassar 90% e seu custo raramente atinge 10% do valor da obra (TOMAZETTI, 2003).

2.5 Processo Produtivo da Indústria de Cerâmica Vermelha

O processo produtivo envolve uma série de etapas necessárias para a geração do produto final de boa qualidade. A seguir são detalhadas as etapas e sua importância.

- a) Pesquisa da jazida (área a ser explorada);
- b) Extração das matérias-primas ;

Determinada a viabilidade de exploração da jazida, dar-se-á início aos serviços de extração da matéria-prima, onde se deve observar os seguintes fatores (SENAI, 2010):

1. Quantidade de solo arável a ser retirado (decapeamento);
2. Sistema de retirada desse solo arável;
3. Consistência natural do solo arável;
4. Tonelagem diária de extração (consumo diário);
5. Tratamento prévio do material extraído;
6. Consistência natural do material extraído;
7. Disposição do material na jazida (qualidade, camadas, inclinação das mesmas, etc).

Definido estes fatores, parte-se para o método de extração que, se a céu aberto consiste na remoção de toda camada de solo arável até atingir as camadas de argila. Devem ser elaborados bancos de extração que assegurem a otimização na extração e economia no transporte, a evacuação de água, a segurança no trabalho e o aproveitamento completo da jazida.

A extração subterrânea: é obtida pela construção de túneis subterrâneos que acompanham as camadas da matéria-prima. A extração a céu aberto é aplicada para a maioria das matérias-primas cerâmicas como: taguá, argilas de várzeas, etc.

Dentre os métodos, para ambos, deve-se prever o local de entrada e saída para os caminhões, escavadeiras se outros equipamentos. A matéria-prima removida deverá ser depositada em local que não interfira na extração, bem como não eleve o custo operacional. Convém depositar o material estéril (solo arável e outros que não interessam) em áreas que não ocupam terrenos com valores agrícolas ou futuras possibilidades de extração de matérias-primas. (SENAI-PI, 2011).

Na extração do taguá, geralmente são classificados e separados visualmente e, de acordo com o aspecto físico, do tipo forte, médio e fraco. O taguá forte apresenta-se mais plástico, com textura bem fina devido a maior pureza; o médio se apresenta com um certo teor de areia (sílica fina), modificando assim sua textura e diminuindo a sua plasticidade, já o taguá fraco é mais arenoso, menos plástico que o médio e geralmente se localiza na parte de cima da crosta, próximo a camada do solo arável. Os equipamentos utilizados para a extração são os rotineiros tais como: retroescavadeiras,

pás carregadeiras, etc; em caso de materiais mais duros ou compactos, utiliza-se dinamite para fragmentação dos mesmos.

Em jazidas de argilas de várzeas, o processo de extração torna-se mais difícil, é necessário o decapeamento, a drenagem de águas e sua remoção dificultando a extração.

Principais equipamentos utilizados no processo de extração. Na extração de matérias-primas são utilizados pás carregadeiras que transportam o material argiloso através de vagonetas, carrinhos, caçambas ou caminhões, para outro local.

c) Sazonamento (Estoque da matéria-prima no pátio da empresa)

A prática de estocagem de matéria-prima a céu aberto, por certo período de tempo é bom para o processamento (aconselha-se que esse estoque seja por um período de no mínimo 6 meses). Os processos de intemperismo (sol, chuva, vento, etc.), dentre outras características, melhora a plasticidade das argilas, lixívia os sais solúveis e homogeneiza a distribuição de água nas argilas que são armazenadas, em depósitos, de acordo com as características de cada argila e sua utilização.

d) Preparação da massa

A formulação da massa cerâmica estrutural, em geral, é feita de forma empírica, com uma composição ideal de plasticidade e fusibilidade, para propiciar boa trabalhabilidade e resistência mecânica de queima. A preparação da massa é feita geralmente através da mistura de uma argila “gorda”, que é caracterizada pela alta plasticidade e granulometria fina; com uma argila “magra”, menos plástica e com granulometria grossa. Na sequência, a massa é umedecida em teor médio de 20% e homogeneizada, para, em seguida, fazer a conformação dos produtos cerâmicos (MOTTA, et al., 2001). Nessa etapa, normalmente, utilizam-se os seguintes equipamentos: moinho, caixão alimentador, destorroador ou desintegrador, misturador e laminador (FIGUEIREDO, 2008).

e) Conformação das peças

Entende-se por conformação ou formação a etapa do processo cerâmico onde a matéria-prima, ou melhor, a massa ou mistura, assume uma forma ou formato bem definido. Em se tratando de massas plásticas, a extrusão (mostrada na figura 9) é o método de conformação usado. Utiliza-se na conformação de peças de seção transversal regular, tais como: tijolos vazados (ou furados), blocos, tubos, telhas, lajes, lajotas e

outros de formato regular. Espera-se que nessa etapa a massa chegue com um conteúdo de água entre 18 e 30 %. Esse método emprega a massa na forma de uma pasta plástica e rígida, que é forçada através de um molde para formar uma coluna contínua, que pode ser cortada em comprimentos apropriados (NORTON, 1973).

A máquina usual de extrusão é conhecida como Maromba ou Extrusora (Figura 9) e tem a função de homogeneizar, desagregar e compactar as massas cerâmicas, dando forma ao produto desejado; geralmente, é constituída de carcaça metálica cilíndrica, percorrida inteiramente por um eixo giratório. A movimentação é fornecida através de acionamento de motor elétrico em conjunto com um sistema de engrenagens ou polias (ABC, 2007).

Figura 9 - Maromba utilizada na conformação por extrusão de cerâmica estrutural.



f) Secagem

No processo de secagem, o ar desempenha um papel essencial tanto como veículo de transporte de calor, quanto elemento receptor do vapor de água formado durante o processo. Essa transferência de calor se efetua através da convecção do ar quente para a superfície das peças e por condução da superfície para o interior. Pode-se

utilizar industrialmente o processo de secagem natural (ar livre) ou secagem artificial (auxílio de secadores) (ACCHAR, 2006).

g) Queima

A queima dos materiais cerâmicos é uma etapa do processo, onde se manifestam todas as operações realizadas durante a fabricação, aparecendo freqüentemente defeitos nas peças acabadas ocasionados em etapas anteriores, mas que até então não haviam sido detectados. Na sinterização as partículas se aglomeram formando uma massa coerente que trazem mudanças significativas ao produto cerâmico, sugerido por Van Vlack (SILVA, J. R. R. 2005). Na figura 10 é mostrado o forno normalmente utilizado no processo de queima convencional.

Figura 10 – Forno do Tipo Túnel.



2.6 Reações Produzidas Durante a Queima

A queima provoca variações nas propriedades físico-químicas e mecânicas da peça cerâmica, diferenciando-se de acordo com a matéria-prima utilizada na fabricação. Estas variações estão exemplificadas a seguir: Físico-químicas – mudanças na estrutura

química e cristalina, na porosidade, na cor, no tamanho (dilatação ou contração), aumento de resistência a umidade, aumento da estabilidade a certos agentes químicos, etc. Mecânicas – aumento da resistência a compressão, à tração, á abrasão, etc.

As mudanças nas propriedades decorrem de reações químicas provocadas pelo aumento da temperatura da peça cerâmica. São estas reações: Desidratação – Perda da umidade. Calcinação – Reações que provocam perda de massa na forma de gases, transformando a estrutura cristalina e a composição química da peça. Oxidação – ligação de elementos químicos presentes na peça com o oxigênio da atmosfera do forno. Formação de silicatos. Sinterização – Resumindo, é o fenômeno que promove a união das partículas (grãos) da cerâmica através da difusão atômica para os contornos dos grãos, da coalescência e ainda, através da formação de vidro. Os átomos se transportam para os contornos de grãos (difusão) “colando” uns grãos aos outros e reduzindo a porosidade. A fase vítrea (líquida) atua também na união dos grãos e na redução da porosidade da cerâmica, ao preencher estes vazios. A coalescência ocorre quando grãos maiores “engolem” grãos menores.

2.7 Fases da Queima

A queima da cerâmica se desenvolve em fases, aos quais estão associadas reações químicas específicas: Esquente ou Pré-aquecimento; Fogo forte ou Caldeamento; Patamar e Resfriamento. É durante a queima que se manifestam várias propriedades das argilas através das transformações físicas, químicas e mecânicas causadas pela ação do fogo. Nesse processo, estão presentes quatro fases: **a)** preaquecimento - é caracterizado por um aquecimento gradual para retirada de água residual, sem provocar defeitos na peça cerâmica causados por contrações diferenciais durante a expulsão da umidade remanescente, num período de 8 a 13 horas, chegando até 650°C; **b)** fogo forte ou caldeamento - inicia-se por volta de 650° e pode ser elevado em maior ritmo até 950°C ou 1000°C; é nessa fase que se verificam as reações químicas que proporcionam ao corpo cerâmico as características de dureza, estabilidade, resistência aos vários agentes físicos e químicos, como também a coloração pretendida; **c)** patamar - é a temperatura máxima de queima mantida por um determinado período de tempo; dessa forma, a câmara aproxima ao máximo a gradiente de temperatura por todo o forno; **d)** resfriamento - é realizado de forma gradual e cuidadosa para evitar

ocorrência de trincas, através da chaminé ou do aproveitamento de calor para os secadores, num período em torno de 38 a 50 h (SENAI-PI, 2010).

Os fornos utilizados pelas cerâmicas da região da Grande Teresina são o túnel, vagão e abóbada (forno intermitente de chama reversível).

2.8 Processamentos por microondas

Os primeiros trabalhos abordando a utilização da energia de microondas no processamento cerâmico datam do início da década de 60, tendo conduzido a algumas aplicações comerciais. Estudos voltados ao processamento em elevadas temperaturas, tais como fusão e sinterização, começaram no final da década de 60 e início da década de 70. Todavia, muito da teoria sobre o comportamento dielétrico dos materiais e dados sobre a interação material/microondas, que forneceram uma grande base para o uso das microondas no processamento de materiais cerâmico, foram reportados já na década de 50 (MENEZES, R. R. 2007). Durante a década de 70, houve um aumento no interesse pela utilização da energia de microondas em virtude da escassez de gás natural. Entretanto, apenas a partir do final da década de 80, com os simpósios internacionais abordando o uso de microondas no processamento de materiais, que começaram a ser realizados a partir de 1988 e integraram a comunidade científica e industrial, ocorreu uma intensificação nos estudos voltados ao processamento de cerâmicas em microondas. Há um crescente interesse na utilização de energia de microondas no processamento cerâmico, especialmente em altas temperaturas (acima de 1500°C), em virtude do potencial para a diminuição nos custos de produção, com economia de energia e redução no tempo de processamento.

Atualmente, observa-se que a maioria dos estudos envolvendo processamento com microondas está direcionada a processos de síntese e/ou sinterização, visando à redução de tempo e/ou temperaturas de processo e ao processamento de nanomateriais.

Entretanto, outro foco de pesquisas que vem ganhando destaque, está relacionado ao estudo da influência da componente magnética do campo eletromagnético no processamento de metais e cerâmicas, e ao processamento de metais e carbetos metálicos. O processamento de materiais metálicos entrou em evidência após os estudos desenvolvidos no final da década de 90, e apresenta interessantes perspectivas para o alargamento das aplicações da tecnologia de microondas. Quanto à

utilização comercial das tecnologias geradas nas últimas décadas, observa-se uma intensa movimentação nos últimos anos, tanto por parte dos pesquisadores quanto dos fabricantes de equipamentos, visando difundir, esclarecer e aplicar os conhecimentos e tecnologias desenvolvidos, nos processos industriais. Nesse sentido, já se observa aplicações em larga escala da tecnologia de microondas na secagem de materiais cerâmicos e no tratamento e vitrificação de resíduos.

O processamento de materiais cerâmicos baseado no aquecimento por microondas tem se tornado muito importante em várias aplicações industriais, devido às grandes vantagens quando comparado ao método convencional de aquecimento (BINNER, 1990). No processamento de materiais cerâmicos, o uso do forno de microondas tem sido utilizado para: síntese, secagem, calcinação e sinterização, oferecendo vantagens como redução de energia, tempo de processamento e homogeneidade da microestrutura dos corpos cerâmicos (MENEZES e KIMINAMI, 2007a e 2007b; SILVELENE-SILVA, A., 2011).

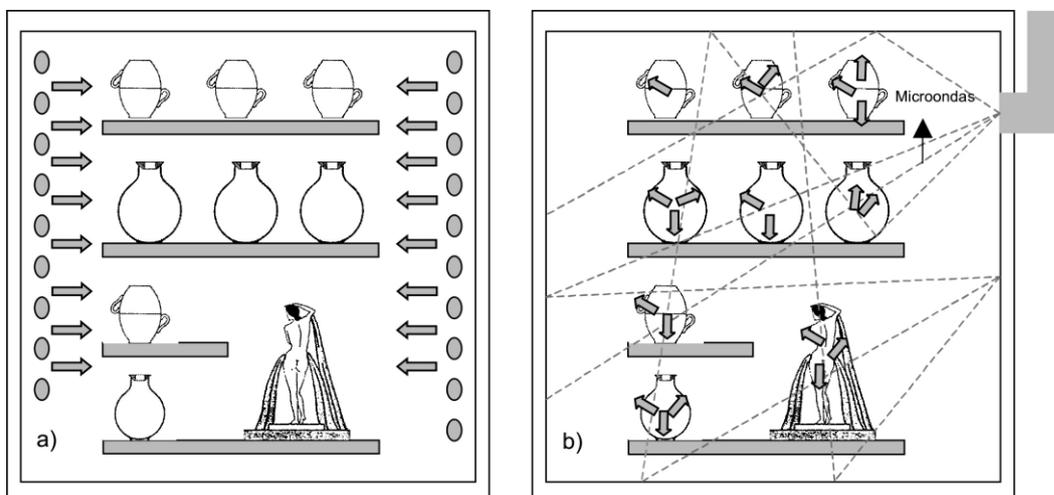
Microondas é o nome dado a radiação eletromagnética com comprimento de onda entre 1 m a 1 mm e uma frequência na faixa de 300 a 300.000 MHz. No entanto, estas frequências são restritas e tem sido alocadas para a área industrial, científica e médica, conseqüentemente estão regulamentadas pela Organização Mundial de Saúde (OMS). As principais frequências estão na faixa de 433 MHz, 915 MHz and 2450 MHz, sendo a mais utilizada a de 2,45 GHz que é a utilizada nos fornos de microondas doméstica (CLARK D.E. and SUTTON, 1996).

2.8.1 Interação entre microondas e o material

Nos tratamentos térmicos convencionais, a energia é transferida para o material através de processo de convecção, condução e radiação, onde o aquecimento acontece da superfície para o interior do material. No forno de microondas o aquecimento é volumétrico, pois as microondas interagem com o material cerâmico, onde parte da energia é transmitida, parte é refletida e parte é absorvida pelo material e o aquecimento ocorre pela fricção molecular dos dipolos do material. Esta tensão mecânica se manifesta em forma de aquecimento dentro do material (KATZ, 1992). A Figura 11 ilustra a forma como o calor é distribuído dentro de um forno microondas e no forno convencional.

Muitas cerâmicas são essencialmente transparentes às microondas em temperaturas baixas, no caso do tratamento térmico de calcinação é necessária a utilização ou a combinação do aquecimento de microondas com outras fontes de aquecimento. A técnica mais utilizada é o aquecimento híbrido, que faz o uso de um susceptor de carbeto de silício (SiC) (MENEZES e KIMINAMI, 2007), pois este material absorve a energia de microondas e transfere esse aquecimento para o material, até que esse material se torne absorvedor da radiação de microondas (SUTTON, 1989; THOMAZINI et al, 2005; SUTTON, W. H, 1989; CLARK, D.E e SUTTON, 1996).

Figura 11: Padrão de aquecimento em a) forno convencional e b) forno de microondas (MENEZES e KIMINAMI, 2007)



Os tratamentos térmicos de calcinação têm sido muito pouco investigados na microtecnologia de materiais. No entanto, com o advento da nanotecnologia em cerâmicas tem tornado evidente a necessidade de buscar técnicas de tratamentos térmicos que mantenham a integridade das nanopartículas (no caso dos pós) e da microestrutura (no caso das cerâmicas sinterizadas (NONO, 2006).

A alumina é um dos materiais cerâmico mais requisitado para aplicações estruturais, preferencialmente na forma estável. Nas cerâmicas deste material os tamanhos de grãos pequenos aumentam as propriedades mecânicas como a dureza, a resistência à ruptura e a tenacidade à fratura. Outra motivação para desenvolver pós de alumina com partículas nanométricas vem do mercado crescente do uso de cerâmica porosa e o problema é a agregação na calcinação que complica a dispersão destes pós nano (KRELL, 1999).

A energia de microondas é usada há mais de 40 anos no processamento de materiais, em aplicações que vão desde o aquecimento para reticulação de borrachas e cura de resinas a processos de secagem de cerâmicas e imobilização de resíduos. Vários são os benefícios do uso da energia de microondas, como redução no tempo de processamento e economia de energia. O que faz que vários processos baseados no aquecimento por microondas encontrem aplicações industriais. O principal benefício da exploração do uso da energia de microondas já tem sido mostrado com tantas vantagens citadas acima. Até então, a maioria das aplicações comerciais da energia de microondas esta voltada para processos que utilizam temperaturas relativamente baixas, como nas áreas de alimentos, madeira, borracha, polímeros e secagem de cerâmicas, e por isso há um crescente interesse no processamento de materiais por microondas em altas temperaturas. O recente interesse no processamento de materiais é evidenciado pelo grande número de simpósios e congressos que vêm sendo dedicados ao processamento de materiais utilizando energia de microondas. Em cerâmicas, as microondas podem ser usadas para sinterização, síntese, secagem ou eliminação de orgânicos. Apesar da energia de microondas vir sendo usada com sucesso para sinterizar uma larga variedade de cerâmicas, seja óxidos ou não óxidos, compósitos ou vidros, alguns requisitos particulares da sinterização de cerâmicas torna a aplicação desse processo um dos maiores desafios para indústria. Esses requisitos frequentemente incluem alguns ou todos dos seguintes pontos: elevadas temperaturas, elevadas taxas de aquecimento, uniformidade de temperatura e história térmica equivalente em toda a amostra. Buscando sinterizar materiais cerâmicos pelo aquecimento direto com microondas, alguns problemas fundamentais são geralmente encontrados. Primeiramente, a característica de pequena absorção de microondas de muitas cerâmicas em baixas temperaturas torna o aquecimento inicial muito difícil. Segundo, instabilidades térmicas podem ocorrer, o que pode levar ao fenômeno de “thermal runaway” descontrolado e a amostra superaquecer catastróficamente. Isto ocorre para uma variedade de materiais cerâmicos, incluindo, Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , ZrO_2 , ZnO , etc. Finalmente, o gradiente térmico característico do processo de aquecimento volumétrico que pode levar à heterogeneidades severas de temperatura. Em muitos experimentos de sinterizações o isolamento tem sido usado para minimizar esses gradientes.

Um bom exemplo da importância da sinterização em microondas pode ser observado no caso do óxido de chumbo. As propriedades das perovskitas a base de chumbo são influenciadas pela densidade e microestrutura do material, as quais

dependem do processo de síntese do pó e processamento. No processo convencional de sinterização destas cerâmicas a temperatura de queima é 1200 °C, essa temperatura ao utilizar longos tempos de sinterização provoca alta volatilização de PbO ocasionando deterioração das propriedades elétricas, dielétricas, entre outros além de aumentar o custo do processamento e causar danos ao meio ambiente. No entanto, quando usa-se elevadas taxas de aquecimento, a volatilização do PbO é diminuída e os grãos apresentam aspectos mais homogêneo. Isso mostra o quanto a energia microondas pode ser importante quando há a necessidade de se atingir elevadas temperaturas em intervalo muito pequeno de tempo (elevadas taxas), em torno de 400 °C/min. Materiais de alta densidade podem ser obtidos tanto pelo processamento em microondas quanto pelo convencional método de aquecimento (LANDIN e SCHULZE, 1990; XIE, Z. et al 1998; GELFUSO, M. V. 1998; CHIANG, S. 1981; HSUEH, C.C. et al 1989; BAUMGARTNER, C. E. 1988; GELFUSO, M. V. 2007). Contudo, a sinterização por microondas (μ S) pode densificar materiais cerâmicos a uma taxa de aquecimento muito alta, em uma temperatura inferior a do processo convencional de sinterização (cS).

2.8.2 Mecanismos de transporte de calor

Três mecanismos essenciais de transporte do calor podem atuar durante o processo de aquecimento, são: a radiação, a convecção e a condução. O transporte radiativo de calor ocorre através do espaço, sob a forma de ondas eletromagnéticas. Não há necessidade, portanto, de um meio material como suporte. O transporte por convecção é o mecanismo geralmente mais importante quando o meio que lhe serve de suporte é um fluido. Neste tipo de transporte, um corpo a certa temperatura está em contato com um fluido a uma temperatura diferente. As camadas de fluido em contato com o corpo estão constantemente sendo renovadas devido à alteração das propriedades do fluido induzidas por via da transferência do calor. Estabelecem-se correntes, ditas de convecção, em que camadas de fluido a diferentes temperaturas circulam, fazendo o transporte do calor. A transmissão de calor por condução é característica do transporte através dos sólidos. As entidades responsáveis por este transporte são os elétrons de condução e / ou as vibrações da rede cristalina (CHINELATTO, S. A. 2006; AGRAWAL, D. 2004).

No caso do aquecimento por microondas, a energia da radiação eletromagnética é diretamente convertida em energia térmica pelo próprio material irradiado. Este tipo

de transferência de calor é mais eficiente, uma vez que não há perdas por convecção ou condução até o material de interesse (SUTTON, W. H et al, 1989).

O desenvolvimento da tecnologia de microondas ocorreu principalmente durante a II Guerra Mundial. Os fornos de microondas começaram a ser utilizados para aquecimento de alimentos na década de 50, e a partir dos anos 80, esse tipo de energia passou a ser utilizado em laboratórios de química. Em química, os fornos de microondas são utilizados para diversas finalidades, tais como secagem de amostras, sínteses, extração de compostos orgânicos e mineralização de amostras orgânicas e inorgânicas. Com essa diversidade de aplicações torna-se relevante discutir esse tópico em aulas teóricas e práticas de química. Os princípios envolvidos no aquecimento por microondas englobam conceitos químicos e físicos, tais como temperatura, ligação química, estrutura molecular, momento de dipolo, polarização, capacidade calorífica e constante dielétrica. O forno de microondas é um equipamento conhecido pela maioria dos estudantes, mas os conceitos químicos envolvidos em seu funcionamento e o grande número de aplicações que esses equipamentos têm em química não são tão disseminados (ROSINI, F. 2004; KINGSTON, H. M.1988; REH E GERBER, 2003; ORTIZ, A.I.C. et al, 2002; RAO, V. V. V. N. S. R. et al 2003; SUBASSI, R. et al 2003).

Teoria de microondas, a radiação microondas é um tipo de energia eletromagnética com frequência na faixa de 10^3 a 10^4 MHz. Essa radiação não-ionizante causa migração de íons e rotação de dipolos, mas não causa mudanças na estrutura molecular. O aquecimento de um material por irradiação com microondas se dá devido à interação da onda eletromagnética com o dipolo elétrico da molécula. Um importante atributo do aquecimento por microondas é a absorção direta da energia pelo material a ser aquecido, ao contrário do que ocorre quando o aquecimento é realizado por convecção, no qual a energia é transferida lentamente do recipiente de reação para a solução. Assim, o aquecimento por microondas é seletivo e dependerá, principalmente, da constante dielétrica e da frequência de relaxação do material. Para entender simplificadaamente o aquecimento de uma substância no forno de microondas, pode-se fazer uma analogia ao que acontece quando as moléculas são submetidas à ação de um campo elétrico. Quando esse é aplicado, as moléculas que possuem momento de dipolo elétrico ou que podem ter momentos dipolares induzidos tendem a se alinhar com o campo e quando o campo elétrico é removido, ocorrerá uma relaxação dielétrica, ou seja, as moléculas tenderão a retornar ao seu estado não alinhado, dissipando a energia absorvida na forma de calor. A princípio, quanto maior for o dipolo elétrico, mais

intenso deve ser a orientação molecular sob a ação do campo elétrico. Se um material possui um valor maior de constante dielétrica, a princípio, maior quantidade de energia pode ser armazenada. Em um campo de fases alternadas, como é o caso de uma onda eletromagnética, a orientação molecular varia ciclicamente, sendo que para um forno de microondas com frequência de 2450 MHz, que é a frequência adotada em fornos domésticos e laboratoriais, ocorrem 10^9 orientações/s (ROSINI, F. 2004; WATKINS, K. W. 1983). Um forno de microondas típico para uso em laboratório possui seis componentes principais: o gerador de microondas (chamado magnéton), o guia de ondas, a cavidade do forno, o espalhador de ondas, um sistema de ventilação e um rotor. Os fornos de microondas domésticos não possuem o sistema de ventilação e o rotor. Devido ao alto custo dos equipamentos desenvolvidos para aplicações laboratoriais, frequentemente são empregados fornos de microondas domésticos. Esses equipamentos não possuem uma distribuição uniforme da radiação microondas, pois não foram projetados para tal finalidade. Eles produzem interferência entre as microondas e, com isso, algumas partes do forno recebem maior incidência de ondas que outras (ROSINI, F. 2004; BARBOZA, A. C. R. N. et al 2001). Assim, é necessário mapear a distribuição da radiação microondas para uma utilização mais efetiva da energia gerada. Além disso, os fornos de microondas desenvolvidos para trabalhos laboratoriais possuem dispositivos de segurança como, por exemplo, sensores de gases na cavidade, porta retrátil para alívio de pressão e autofechamento e frascos reacionais capazes de suportar elevadas pressões (até 100 atm), altas temperaturas (até 260 °C) e inércia química frente a ácidos concentrados. Esses dispositivos são essenciais para implementação de procedimentos agressivos de digestão de amostras. Entretanto, experimentos simples e demonstrações didáticas podem ser conduzidos com segurança em fornos de microondas projetados para uso doméstico.

2.9 Panorama socioeconômico do setor cerâmico

No Brasil, de uma maneira geral, o setor de cerâmica estrutural possui uma escassa tecnologia aplicada ao seu processo, proporcionando produtos de baixo valor agregados e, muitas vezes, fora das especificações técnicas. No estado do Piauí, a situação não é diferente, embora o setor esteja entre as cadeias produtivas de maior importância em geração de renda e trabalho. De acordo com (SINDICER, 2011), o setor de cerâmica estrutural do Piauí possui 80 empresas em atividade, produzindo

aproximadamente 18 milhões de peças/mês e empregando 3500 trabalhadores diretos e 1500 indiretos.

A cerâmica vermelha, também conhecida como cerâmica estrutural, pertence a um segmento industrial de uso intensivo de mão de obra. Neste setor, prevalecem as micro empresas familiares com técnicas essencialmente artesanais e empresas de pequeno e médio porte que utilizam processos produtivos tradicionais. Assim, o padrão produtivo do Brasil é considerado tecnologicamente atrasado frente a outros países produtores de cerâmica vermelha. Há a necessidade de reverter esse quadro e, para isto, os empresários investem, cada vez mais, em tecnologias para melhorar a qualidade dos produtos e garantir um mercado caracterizado por um alto nível de concorrência.

A localização geográfica das fábricas é determinada principalmente por dois fatores: a localização da jazida (devido à grande quantidade de matéria prima processada) e a proximidade dos centros consumidores (em função dos custos de transporte). A renda do segmento tende a permanecer nos locais de produção, com impacto econômico e social significativo. Os principais produtos são tijolos, blocos de vedação e estruturais telhas naturais e coloridas, elementos de enchimento, tubos, pisos, entre outros materiais que compõem acima de 90% das alvenarias e coberturas utilizadas no País. O segmento de Cerâmica Vermelha, pelo grande número de unidades produtivas e sua distribuição nos vários estados, de modo geral, apresenta uma grande deficiência em dados estatísticos e indicadores de desempenho bem consolidados, ferramentas indispensáveis para acompanhar o seu desenvolvimento e monitorar a competitividade, entre outros fatores (arquivo: termo de referência; Informe: Banco do nordeste, 2010).

A produtividade média do segmento oleiro cerâmica brasileira é de 15,8 mil peças/operário/mês, com variações regionais. Há uma diferença de desempenho de produtividade entre os países desenvolvidos e os em desenvolvimento. Isto mostra a necessidade da modernização do segmento no Brasil. Segundo a Associação Nacional da Indústria da Cerâmica – ANICER, atualmente o número de empresas é de, aproximadamente, 7.400, havendo uma tendência de aumento da participação dos empreendimentos de maior porte na produção nacional. Iniciativas dos próprios empresários, liderados pela ANICER e associações estaduais, em parceria com SEBRAE e SENAI, têm implantado mudanças no segmento nos últimos anos. De acordo ainda com a ANICER (2011), cerca de 1% das 7.000 empresas já conquistaram a certificação e pelo menos 5% está em processo.

Estimativas indicam que a produção em 2009 permaneceu no mesmo nível de 2008, 76 bilhões de peças, correspondendo a 75% de blocos/tijolos e 25% de telhas, estimando-se um faturamento de R\$ 7 bilhões (US\$ 3,5 bilhões). De acordo com a ANICER, as perspectivas são de atingir R\$ 9 bilhões em 2010 seguindo o bom desempenho esperado pela construção civil (ANUÁRIO ESTATÍSTICO, 2011)

Quando comparado aos países desenvolvidos, como a Espanha, um dos maiores produtores de cerâmica vermelha da Europa, com cerca de 30 milhões de toneladas / ano de argila, e os EUA, com 20 milhões/t/ ano, o consumo e a produção do Brasil colocam o país como um dos maiores do mundo, ficando atrás apenas da China e Índia. Em 2009, considerando-se o consumo igual à produção, 76 bilhões de peças, foi registrado um consumo médio *per capita* de 384 pç/hab, geograficamente assim distribuído: Região Norte 247 pç/hab; Nordeste 312; Centro-Oeste 381; Sudeste 395 e Sul 657 pç/hab.

A SGM / MME tem contribuído com o segmento, patrocinando cursos para micro e pequenas empresas, objetivando uma melhor capacitação tecnológica, associativismo e formalização. No período 2005/2008 foram efetivados 42 cursos, contemplando 1.122 empreendedores do segmento oleiro cerâmico, resultando, ainda no apoio a oito APLs de Cerâmica Vermelha. A argila destaca-se como a 4ª maior produção da mineração brasileira, posicionando-se abaixo da produção de ferro 369 Mt, e de agregados, areia (300 Mt) e brita (234 Mt). A argila é principal fonte de matéria prima para a produção da cerâmica vermelha. A partir da produção estimada de 76 bilhões de peças cerâmicas em 2009, considerando a massa média de 2,0 kg/peça, pode-se estimar a utilização de 152 Mt de argila. O comércio internacional neste segmento industrial é bastante reduzido. Com efeito, o país exportou em 2009 US\$ 4,5 milhões (40 mil toneladas). As importações também são pequenas, apenas US\$ 886 mil (17,6 mil t). A mineração de argila tem a predominância de minas de pequeno porte, de 1.000 a 20.000 t/mês, apresentando baixo valor unitário, o que faz com que a mineração opere de modo cativo para a sua própria cerâmica, ou abasteça mercados locais. É uma atividade que gera significativos impactos ambientais e que conta com poucos funcionários por mina. O diesel é o principal combustível utilizado nos equipamentos de extração de argila. Após a extração da matéria prima, ocorre a preparação da massa, conformação (moldagem) das peças, secagem e queima. A queima é realizada em fornos contínuos (túnel e Hoffmann) ou intermitentes (paulistinha, garrafão), a temperaturas de 800 a 1000°C, conforme o tipo de produto. As olarias fabricam

principalmente tijolos maciços, por processos considerados rudimentares, ainda com empregos de métodos manuais de preparação da mistura de argila e fabrico das peças, secagem ao sol e queima em forno de lenha. A indústria de cerâmica vermelha emprega como combustíveis, principalmente, a lenha nativa (50%) e resíduos de madeira (40%): cavaco, serragem, briquetes e outros resíduos. A sustentabilidade energética implica em um aumento no uso de lenha de reflorestamento. Este fator pode gerar um excedente de biomassa para comercialização de madeira no setor produtivo de cerâmica vermelha (ANUÁRIO ESTATÍSTICO, 2011). Nas tabelas 1, 2 e 3 são apresentados três parâmetros fundamentais: a produção, consumo e dados extras, que fundamentam a importância das indústrias cerâmicas para o contexto geral da economia e para o PIB do país.

Tabela 1 - Produção brasileira de Cerâmica Vermelha (10⁹peças)

Produtos	2006	2007	2008	2009
Blocos/tijolos	51	53	57	57
Telhas	16	17	19	19
Total	77	70	76	76

Fontes: Elaborado pelo DTTM/SGM/MME a partir da Revista Brasil Mineral-maio 2011

Tabela 2 - Consumo Brasileiro por Região e Per Capita- 2009

Região	%	Consumo Total(10 ⁹ peças)	Consumo Per capita (pç/hab)
Norte	5	3,8	247
Nordeste	22	16,7	312
Centro-Oeste	7	5,3	381
Sudeste	42	32,0	395
Sul	24	18,2	657
Total Brasil	100	76,0	384

Fontes: Elaboração DTTM/SGM/MME; IBGE. * Admitindo-se a mesma percentagem de 2003; Anuário ABC - Associação Brasileira de Cerâmica

Tabela 1 - Outros Dados do Segmento de Cerâmica Vermelha

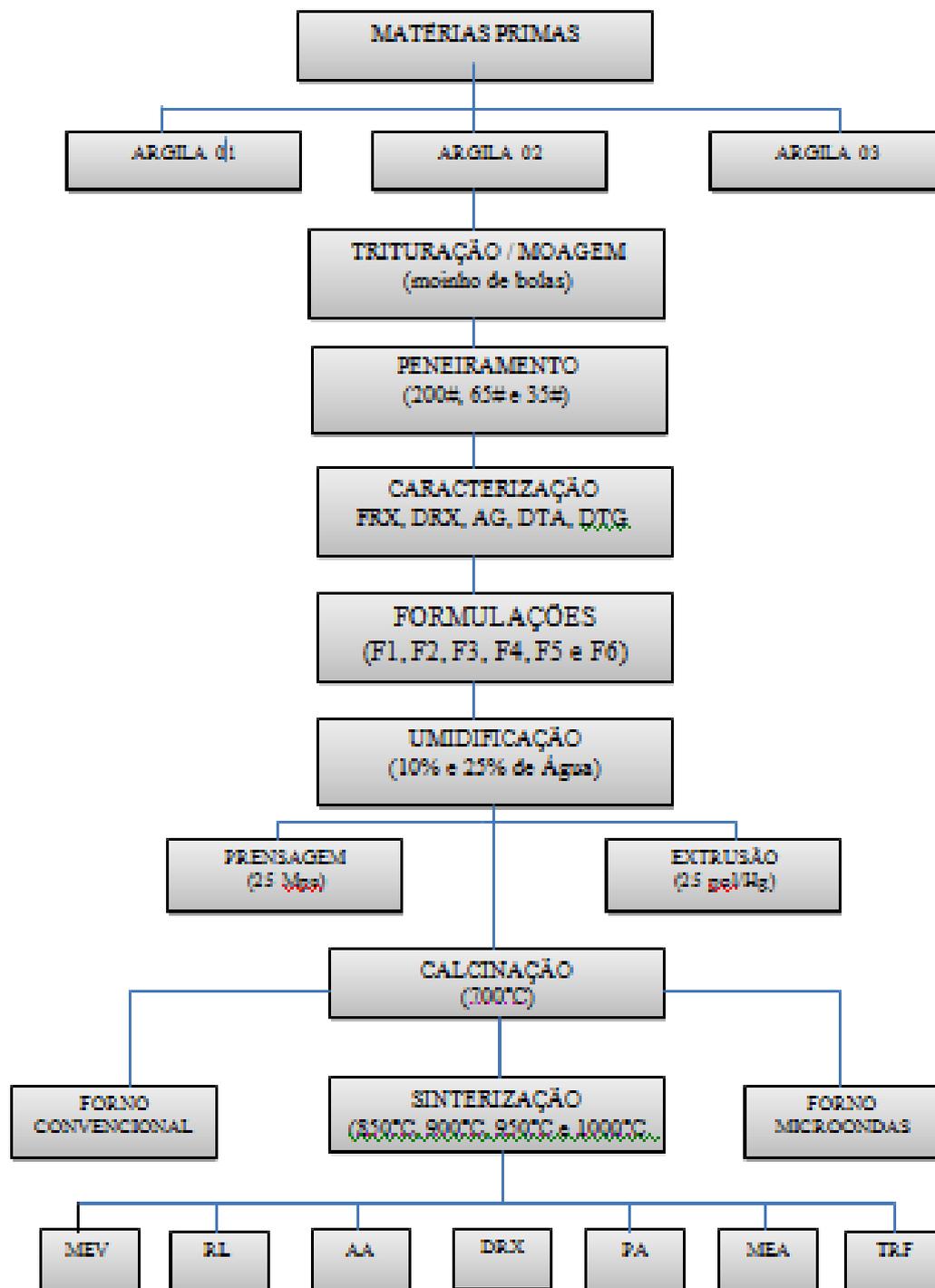
	2005	2006	2007	2008	2009
Faturamento-R\$ bilhões	6,0	6,2	6,5	6,8	7,0
Nº de Empresas	5500	5500	5500	5500	7400
Empregos Diretos (mil)	400	400	400	400	293
Produtividade (milpçs/op/mês)	13,3	14,0	14,6	15,8	15,8

Fontes: Anuário Brasileiro de Cerâmica/ANICER; estimativa DTTM/SGM/MME para 2006, 2007, 2008 e 2009.

Capítulo 3

Materiais e Métodos

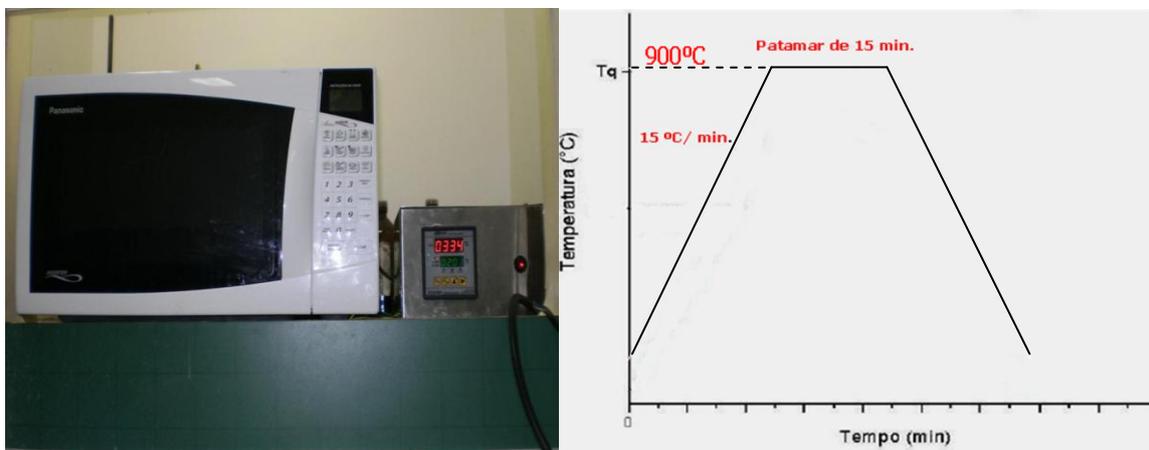
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



Na Figura 12 foi mostrado o fluxograma detalhando a metodologia utilizada. Foi utilizado um forno de microondas doméstico modificado conforme (Figura 13). O equipamento consiste de uma série de modificações, o controle interno do microondas foi substituído por um controle externo que é feito através de um controlador de temperatura composto por sensor de temperatura, rampa de aquecimento e temporizador e a temperatura é monitorada via termopar onde esta acoplado na parte traseira do microondas, o porta amostra é constituído de alumina, onde irá o elemento absorvedor de microondas (susceptor). Utiliza-se um protetor térmico (isolante) à base de sílica-alumina envolvendo o porta-amostra para reduzir a perda térmica para a cavidade do forno (KRELL, 1999).

No processamento de queima por irradiação de microondas os componentes de cerâmica estrutural conformados por prensagem foram submetidos a um tratamento térmico prévio de calcinação em torno de 700°C em forno convencional, onde ocorreu toda a eliminação da água estrutural e matéria orgânica no sentido de evitar possíveis tensões no material, promovido pela queima abrupta com frequência altíssima, como é o caso do microondas. Dando continuidade o processo, logo em seguida foram sinterizados nas temperatura de 850°C e 1000°C, com taxa de aquecimento de 15°C/minuto e patamares alternados de 15minutos e 60minutos, o resfriamento aconteceu por convecção natural.

Figura 13 - Forno de microondas doméstico (potência 1,5kVa , corrente igual a 7A e tensão igual 220V - frequência de 2,45 GHz) modificado para tratamentos térmicos até 1200°C.



3.1 Matérias-primas

Para realização deste estudo foram utilizadas três tipos de argilas, denominadas de argila 01, argila 02 e argila 03, inicialmente as argilas foram secas ao ar livre, em seguida foram moídas em moinho de martelo (abertura da malha de 2,38mm), dosadas e umedecidas a 25% e 10%, homogeneizados e descansados por 24 horas. Na etapa seguinte, os corpos de prova (cp's) foram conformados por extrusão, com vácuo de 25 pol/Hg, medindo aproximadamente 15,0cm x 2,5 cm x 1,5cm (comprimento, largura e espessura, respectivamente) e conformados por prensagem com carga de 25MPa medindo aproximadamente 6,0cm x 2,0cm x 0,5cm. Os ensaios cerâmicos nos corpos de provas foram realizados de acordo com as normas da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), abaixo discriminadas:

- Tensão de Ruptura à Flexão (TRF) da massa após queima
- Absorção d'água (AA)
- Porosidade Aparente (PA)
- Massa Específica Aparente (MEA)
- Retração Linear (RL)

3.1.1 Caracterizações das matérias-primas

As matérias-primas foram caracterizadas por meio de análise químicas do pó e utilizando as técnicas de fluorescência de raios X (FRX), análise mineralógica por difração de raios X (DRX), análise térmica diferencial (DTA), análise dilatométrica (AD), análise térmica gravimétrica (DTG), análise granulométrica (AG) e análise de plasticidade.

3.1.2 Análise granulométrica

Para a realização da análise granulométrica foi utilizada a técnica de classificação de partículas por difração a laser. As matérias-primas utilizadas foram moídas em moinho planetário, por 3 horas em velocidade de 230 rpm. O equipamento utilizado foi um Granulômetro à Laser modelo 920L Cilas, alocado no Laboratório de

Cerâmica e Metais especiais da UFRN. Utilizou-se para dispersar, 2 g de amostra para 2 ml de detergente neutro em 10ml de água destilada. A dispersão se deu no tempo de 60 segundos em ultrassom. O resultado foi fornecido pelo programa de computador denominado The Particle Expert.

3.1.3 Limites de Atterberg

Baseado em conhecimentos adquiridos por extensas investigações experimentais, Atterberg (1911) e Haines (1925) determinaram os três limites de consistência dos materiais argilosos, são eles: o limite de liquidez (LL), limite de plasticidade (LP) e o limite de contração (LC). Como a consistência de interesse para o processo de extrusão é o estado plástico, os limites determinados foram os LL [ABNT, NBR 6459] e o LP [ABNT, NBR 7180], os quais compõem o índice de plasticidade (IP) da massa cerâmica.

3.1.4 Análises químicas por fluorescência de raios x (FRX)

Para a determinação da composição química as matérias-primas foram classificadas na peneira de 200 mesh (ABNT n° 200) e seca em estufa por 24 h a 110°C. Na realização desta análise foi utilizado um Espectrômetro de marca Shimadzu, modelo EDX-720 do Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Química da UFRN.

3.1.5 Análise mineralógica por difração de raios x (DRX)

Para analisar a mineralogia das matérias-primas, bem como as fases formadas após a queima dos corpos-de-prova, ensaios de DRX foram realizados com material moído abaixo de 325 mesh (44µm). O equipamento também está alocado no LABEMAT do CTGÁS-ER e é um XRD-6000 Shimadzu com tubo de Cu ($\lambda = 1,54056\text{Å}$). A tensão utilizada foi de 40kV e a corrente de 30mA, com varredura de 2° a 80° para 2 θ , com velocidade de 2°/min e passo de 0,02°/passo. A avaliação das fases de cada matéria-prima e produto final analisados 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).

3.1.6 Análises térmicas

Para avaliar o comportamento térmico das matérias-primas em estudo, utilizou-se o Analisador Termogravimétrico TGA-51H Shimadzu e o Analisador Termodiferencial DTA-50H Shimadzu, ambos alocados no Laboratório de Ensaio de Materiais do CTGÁS. Para os dois tipos de análise, foram utilizadas massas em torno de 15mg, com granulometria inferior a 325mesh, sob um fluxo de ar sintético de 50 mL/min. A taxa de aquecimento foi de 10°C/min aproximadamente entre 27°C e 1200°C. A análise dos resultados e a obtenção da curva derivada da TG denominada DrTG, foram realizadas utilizando-se o programa de computador denominado TA-60, para análises térmicas da Shimadzu.

3.1.7 Análise Dilatométrica

As amostras após queima foram submetidas a uma avaliação de sua estabilidade dimensional em função da temperatura. Assim, avaliar uma amostra do ponto de vista de sua dilatação térmica, é submetê-la a uma temperatura, buscando verificar o valor de sua variação linear, em função da faixa de temperatura pela qual a amostra foi submetida. A equação (1) utilizada para avaliar o coeficiente de dilatação térmica, segundo a norma NBR 13818:1997- Especificação e Método de Ensaio, é

$$\delta (^{\circ}\text{C}^{-1}) = \frac{\Delta L}{l_a \Delta T} \times L$$

Onde: $\Delta L = l_b - l_a$

$$\Delta T = t_f - t_i$$

Sendo: δ é o coeficiente de dilatação térmica linear, expresso em micrômetros por micrômetros e por graus Celsius; l_a é o comprimento inicial do corpo-de-prova expresso em micrômetros; l_b é o comprimento final do corpo-de-prova expresso em micrômetros; L é a variação do comprimento do corpo-de-prova em micrômetros; t_i é a

temperatura inicial, em graus Celsius; t_f é a temperatura final, em graus Celsius; e T é a variação da temperatura a que o corpo-de-prova foi submetido, em graus Celsius.

O ensaio foi realizado de acordo com o anexo K da norma acima citada. O equipamento utilizado foi um analisador termomecânico TMA-50 de marca Shimadzu.

As amostras, com dimensões próxima a um cubo com 10mm de lado, foram aquecidas a uma taxa de 10°C/min da temperatura ambiente até 1000°C, utilizando atmosfera de ar sintético com vazão de 50 mL. A análise dos resultados foi realizada utilizando-se o programa de computador TA-60, para análises térmicas da Shimadzu.

3.2 Caracterização das matérias-primas – ensaios tecnológicos

3.2.1 Retração linear de queima

Retração linear é a variação da dimensão linear do corpo-de-prova após a queima, em porcentagem, depois de submetido a condições específicas de temperatura. Valores positivos indicam que houve retração, negativos, indicam expansão. Os corpos-de-prova foram medidos com paquímetro Starret com resolução de 0,05 mm, e com os valores dos seus comprimentos, calculou-se a retração linear de queima (RL) foi determinada segundo Souza Santos (1989), utilizando-se a seguinte Equação (2):

$$RL (\%) = \frac{(L_o - L_f) \times 100}{L_o}$$

Sendo RL a retração linear de queima em porcentagem; L_o o comprimento (em mm) inicial (após secagem) do corpo-de-prova; e L_f o comprimento (em mm) do corpo-de-prova após a queima. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.2.2 Absorção de água

A absorção de água é a porcentagem, em peso, do valor de água absorvido pelo corpo-de-prova queimado. Esta foi obtida de acordo com Souza Santos (1989). Os corpos-de-prova foram secos em estufa a 110°C por 24 horas e em seguida foram pesados em balança analítica com resolução de 0,0002g. Depois foram submersos em

água destilada por vinte e quatro horas. Passado esse tempo, os corpos-de-prova foram removidos e o excesso de água superficial foi retirado com um pano umedecido e novamente foram pesados a fim de calcular o valor de água que cada corpo-de-prova absorveu, de acordo com a Equação (3):

$$AA (\%) = \frac{P_u - P_s}{P_s} \times 100,$$

Sendo AA a absorção de água em porcentagem; P_u o peso do corpo-de-prova úmido (em g); e P_s o peso do corpo-de-prova seco (em g). Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.2.3 Porosidade aparente

A Porosidade aparente (PA) é a medida, em porcentagem, do volume de poros aberto do corpo-de-prova em relação ao seu volume total. O procedimento adotado foi baseado em Souza Santos (1989).

Além das medições realizadas para o cálculo da absorção de água, os corpos-de-prova foram pesados imersos em água, após 24hs submersos, pelo método da balança hidrostática, a fim de se calcular a porosidade aparente. De acordo com a seguinte Equação (4), é que se obtém o valor desejado:

$$PA (\%) = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \times 100,$$

Sendo PA a porosidade aparente em porcentagem; P_u o peso (em g) do corpo-de-prova úmido; P_s o peso (em g) do corpo-de-prova seco (em g); e P_i o peso (em g) do corpo de - prova imerso em água. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.2.4 Massa Específica Aparente

A Massa Específica Aparente (MEA) é a massa do corpo-de-prova pelo volume. A MEA foi determinada de acordo com Souza Santos (1989). Utilizando-se a seguinte Equação (5), é que se chega à MEA:

$$\text{MEA (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{PA}}{\text{AA}} = \frac{\text{Ps}}{\text{Pu} - \text{Pi}}$$

Os valores e o procedimento utilizados foram os mesmos dos itens 7.6.2. e 7.6.4. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.2.5 Resistência mecânica

Tensão de ruptura é a tensão necessária para romper um corpo-de-prova, segundo o método proposto por VICAT, através da Equação (6) (Vieira, 2004):

$$\text{TRF (MPa)} = \frac{3F \times L}{2b \times h^2}$$

Sendo F a força aplicada (em N); L a distância entre as duas barras de apoio, (em mm) que foi de 90 mm; b a medida da base do corpo-de-prova (em mm); e h a altura do corpo-de-prova (em mm). Os corpos-de-prova foram medidos nas três dimensões e ensaiados pela máquina de ensaios universais da Shimadzu, modelo AG-I com capacidade de 250 kN. Para este ensaio utilizou-se a célula de carga de menor capacidade (50 kN) e com sensor de carga máxima de 0,5kN, a fim de se obter maior precisão dos resultados.

A tensão de ruptura à flexão (TRF) foi obtida aplicando a Equação (6). Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.3 Formulações das matérias-primas

A Tabela 4 mostra as formulações estudadas, obtidas com a combinação de diferentes proporções de argilas.

Tabela 2 – Composições utilizadas para a formulação das massas cerâmicas

Formulação	Argilas			Total %
	Argila 1	Argila 2	Argila 3	
F01	33,3	33,3	33,3	100,0
F02	25,0	50,0	25,0	100,0
F03	50,0	25,0	25,0	100,0
F04	25,0	25,0	50,0	100,0
F05	20,0	40,0	40,0	100,0
F06	40,0	40,0	20,0	100,0

3.4 Propriedades Tecnológicas

Inicialmente para determinação das propriedades tecnológicas (PT) foi confeccionado corpos-de-prova, que, por sua vez, começa com o condicionamento das matérias-prima para conformação. Nessa etapa de adequação das matérias-prima, as amostras foram passadas em peneira ABNT nº 40 (abertura de 0,42 mm), secas em estufa elétrica por 24 h, umidificadas com 10 % de água (em peso) e, por fim, acondicionadas em sacos plásticos por 24 h para maior homogeneização da umidade. Depois da preparação, as amostras foram conformadas por prensagem em uma matriz metálica de cavidade retangular com dimensões de 6 cm x 2 cm, aplicando – por intermédio de uma prensa hidráulica modelo PHS 15t e marca Schulz – 25 MPa (3 toneladas força) e também conformados por extrusão com vácuo de 25pol/hg, nas mesmas condições e umidade de 25% de água (em peso). Para cada formulação caracterizada nesse trabalho foram prensados 40 corpos-de-prova e a mesma quantidade extrudada com dimensões de 13cm x 2,5cm x 1,5cm. Os corpos-de-prova à verde foram então identificados, pesados, medidos, secos em estufa elétrica por 24 h, e, finalmente sinterizados, medidos e pesados novamente.

3.4.1 Absorção de Água

A absorção de água é a porcentagem, em peso, do valor de água absorvido pelo corpo-de-prova queimado. Esta foi obtida de acordo com Souza Santos (1989). Os corpos-de-prova foram secos em estufa a 110°C por 24 horas e em seguida foram pesados em balança analítica com resolução de 0,0002g. Depois foram submersos em água destilada por vinte e quatro horas. Passado esse tempo, os corpos-de-prova foram removidos e o excesso de água superficial foi retirado com um pano umedecido e novamente foram pesados a fim de calcular o valor de água que cada corpo-de-prova absorveu, de acordo com a Equação (3):

$$AA (\%) = \frac{Pu - Ps}{Ps} \times 100,$$

Sendo AA a absorção de água em porcentagem; Pu o peso do corpo-de-prova úmido (em g); e Ps o peso do corpo-de-prova seco (em g). Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.4.2 Porosidade Aparente

A Porosidade aparente (PA) é a medida, em porcentagem, do volume de poros aberto do corpo-de-prova em relação ao seu volume total. O procedimento adotado foi baseado em Souza Santos (1989).

Além das medições realizadas para o cálculo da absorção de água, os corpos-de-prova foram pesados imersos em água, após 24hs submersos, pelo método da balança hidrostática, a fim de se calcular a porosidade aparente. De acordo com a seguinte Equação (4), é que se obtém o valor desejado:

$$PA (\%) = \frac{Pu - Ps}{Pu - Pi} \times 100,$$

Sendo PA a porosidade aparente em porcentagem; Pu o peso (em g) do corpo-de-prova úmido; Ps o peso (em g) do corpo-de-prova seco (em g); e Pi o peso (em g) do corpo de-prova imerso em água. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.4.3 Massa Específica Aparente

A Massa Específica Aparente (MEA) é a massa do corpo-de-prova pelo volume. A MEA foi determinada de acordo com Souza Santos (1989). Utilizando-se a seguinte Equação (5), é que se chega à MEA:

$$MEA \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{PA}{AA} = \frac{Ps}{Pu - Pi}$$

Os valores e o procedimento utilizados foram os mesmos dos itens anteriores. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

3.4.4 Tensão de Ruptura à Flexão

Tensão de ruptura é a tensão necessária para romper um corpo-de-prova, segundo o método proposto por VICAT, através da Equação (6) (Vieira, 2004):

$$TRF \text{ (MPa)} = \frac{3F \times L}{2b \times h^2}, \text{ Equação (6).}$$

Sendo F a força aplicada (em N); L a distância entre as duas barras de apoio, (em mm) que foi de 90mm; b a medida da base do corpo-de-prova (em mm); e h a altura do corpo-de-prova (em mm). Os corpos-de-prova foram medidos nas três dimensões e ensaiados pela máquina de ensaios universais da Shimadzu, modelo AG-I com capacidade de 250kN. Para este ensaio utilizou-se a célula de carga de menor capacidade (50kN) e com sensor de carga máxima de 0,5kN, a fim de se obter maior precisão dos resultados.

A tensão de ruptura à flexão (TRF) foi obtida aplicando a Equação (6). Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distinto.

3.4.5 Análise Dilatométrica

As amostras após queimadas foram submetidas a uma avaliação de sua estabilidade dimensional em função da temperatura. Assim, avaliar uma amostra do ponto de vista de sua dilatação térmica, é submetê-la a uma temperatura, buscando verificar o valor de sua variação linear, em função da faixa de temperatura pela qual a amostra foi submetida. A equação (1) utilizada para avaliar o coeficiente de dilatação térmica, segundo a norma NBR 13818:1997- Especificação e Método de Ensaio, é

$$\delta \text{ (}^\circ\text{C}^{-1}\text{)} = \frac{\Delta L}{l_a \times \Delta T}$$

Onde: $\Delta L = l_b - l_a$

$$\Delta T = t_f - t_i$$

Sendo: δ o coeficiente de dilatação térmica linear, expresso em micrômetros por micrômetros e por graus Celsius; l_a é o comprimento inicial do corpo-de-prova expresso em micrômetros; l_b é o comprimento final do corpo-de-prova expresso em micrômetros; L é a variação do comprimento do corpo-de-prova em micrômetros; t_i é a temperatura inicial, em graus Celsius; t_f é a temperatura final, em graus Celsius; e T é a variação da temperatura a que o corpo-de-prova foi submetido, em graus Celsius.

O ensaio foi realizado de acordo com o anexo K da norma acima citada. O equipamento utilizado foi um analisador termomecânico TMA-50 de marca Shimadzu.

As amostras, com dimensões próxima a um cubo com 10 mm de lado, foram aquecidas a uma taxa de 10°C/min da temperatura ambiente até 1000°C, utilizando atmosfera de ar sintético com vazão de 50 mL. A análise dos resultados foi realizada utilizando-se o programa de computador TA-60, para análises térmicas da Shimadzu.

3.4.6 Análise Microestrutural

A superfície de fratura dos corpos de prova foi analisada empregando-se microanálise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), no sentido de analisar a composição química elementar pontual das amostras e se obter imagens topográficas e morfológicas da superfície de fratura.

A morfologia da superfície de fratura foi examinada com um microscópio eletrônico de varredura marca PHILIPS, modelo XL30, utilizando-se voltagem de aceleração de elétrons de 20 kV. O objetivo desta análise é de acompanhar as mudanças microestruturais e morfológicas dos corpos de prova queimados em diferentes temperaturas, bem como composições distintas.

Capítulo 4

Resultados e Discussão

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

4.1.1 Análise química por fluorescência de raios X

A tabela 5 contém os resultados da análise química quantitativa das massas cerâmicas estudadas e são apresentadas em termos de percentual de peso dos óxidos constituintes. As massas apresentam uma composição típica de matéria prima argilosa, ou seja, rica em sílica e alumina e com teores inferiores de óxidos de potássio K_2O_3 , óxido de ferro Fe_2O_3 , óxido de titânio TiO_3 e óxido de cálcio CaO .

Tabela 5 - Análise química semi-quantitativas das matérias-primas

Argila	Composição Química da massa (% em massa)							
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O_3	SO_3	TiO_3	CaO	Outros
01	58,51	25,98	7,65	3,13	2,16	1,84	0,56	0,17
02	58,59	26,91	7,02	2,55	1,89	1,71	0,61	0,72
03	56,56	24,39	10,22	2,92	1,97	2,24	1,16	0,54

Com os dados da Tabela 5 foi pressuposto que o elevado teor de óxido de silício (SiO_2) das matérias-primas (56% a 59%) deve-se a presença de quartzo (SiO_2), além da caulinita ($Al_2 Si_2O_5(OH)_4$) e outros minerais argilosos e não-argilosos que possuem o silício na sua composição química. Entre as matérias-primas estudadas, a matéria-prima argila 02 foi a que apresentou o mais elevado teor de SiO_2 , podendo ser classificado como uma matéria-prima altamente silicosa. O óxido de cálcio (CaO_2) tem efeito fundente moderado em temperatura de queima abaixo de $1000^\circ C$, ele aparece em todas as argilas inclusive com o maior percentual na argila 03. Esse óxido, geralmente, é proveniente, da calcita, dolomita e gipsita.

Observa-se que as matérias primas cerâmicas apresentam teores elevados de óxidos corantes (Fe_2O_3 e TiO_2), resultando numa cor de queima avermelhada. Observa-se também que todas as argilas se apresentaram como constituintes básicos, os óxidos de SiO_2 e Al_2O_3 , que juntos são responsáveis pela refratariedade das argilas. O alto percentual de SiO_2 pode estar associado a uma grande quantidade de sílica livre na forma de quartzo que é um agente desplastificante. As argilas com alto teor de alumínio invariavelmente apresentam a caulinita como principal argilomineral e são matérias bastante interessante para fabricação de materiais refratários. Esta matéria-prima

cerâmica apresenta altos índices de fundentes inclusive do K_2O o que provavelmente está associado ao argilomineral mica.

4.1.2 Análises Granulométricas

Distribuição de Tamanho de Partículas

Os resultados das análises de tamanho de partículas são mostrados nas curvas de distribuição granulométricas apresentados pelas figuras de 4.1 a 4.3, e os dados resumidos são apresentados na tabela 6.

Figura 4.1 – Distribuição granulométrica da Argila 01.

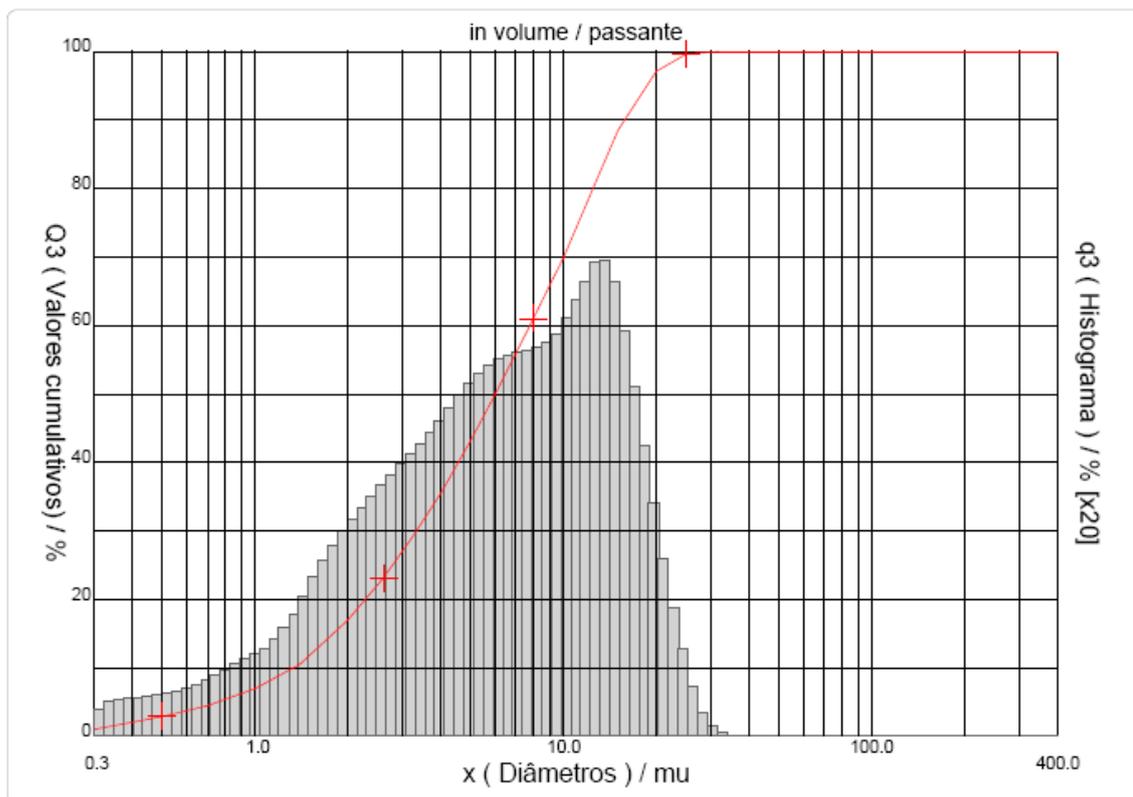


Figura 4.2 Distribuição granulométrica da Argila 02.

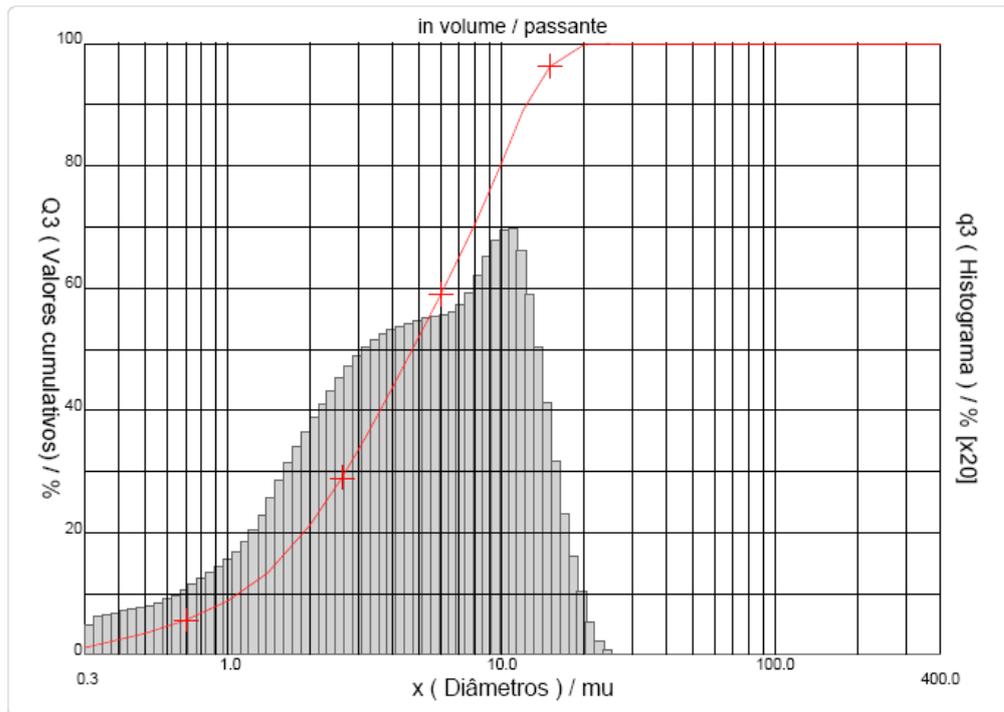
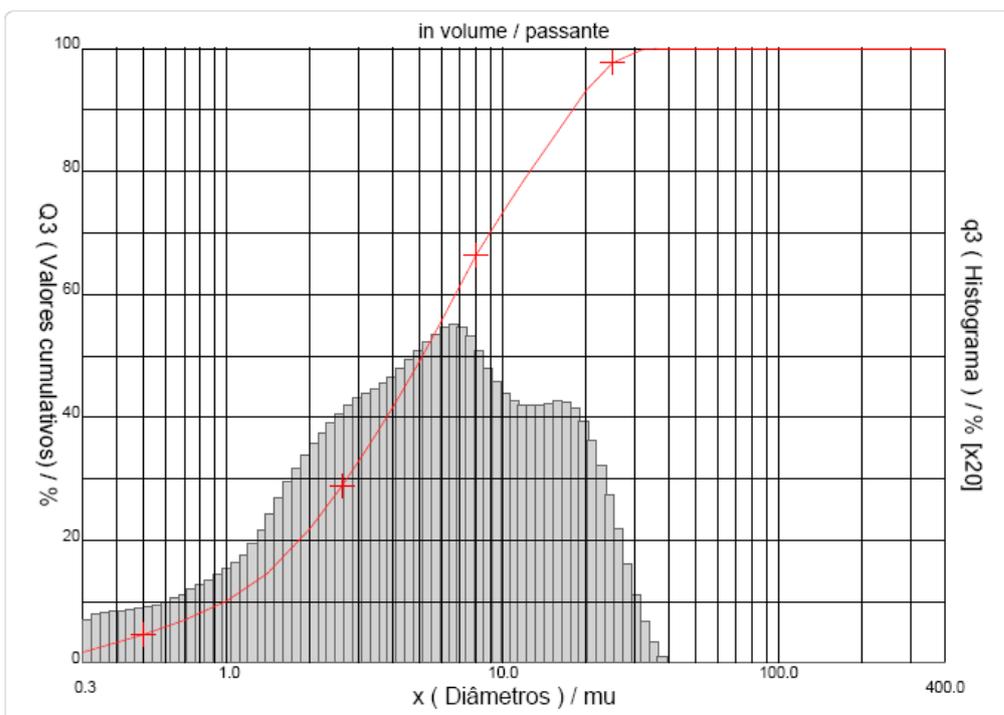


Figura 4.3 Distribuição granulométrica da Argila 03.



A argila 01 (Figura 4.1) apresentou uma distribuição granulométrica do tipo unimodal (um ponto de máximo). Com 17% das partículas com diâmetro inferior a 2 μ m o que equivale ao percentual teórico de argilomineral presente na amostra, 80% das partículas entre 2 μ m e 20 μ m e 3% estão entre 20 μ m e 200 μ m. O diâmetro médio obtido a partir do gráfico da Figura 13 com base nas informações é de 7,51 μ m.

A argila 02 (Figura 4.2) apresentou uma distribuição granulométrica também do tipo bimodal (dois pontos de máximo). Com 22% das partículas com diâmetro inferior a 2 μ m o que equivale ao percentual teórico de argilomineral presente na amostra, 76% das partículas entre 2 μ m e 20 μ m e 2% entre 20 μ m e 200 μ m. O diâmetro médio obtido a partir do gráfico da Figura 12 com base nas informações é de 5,94 μ m.

A argila 03 (Figura 4.3) apresentou uma distribuição granulométrica também do tipo bimodal (dois pontos de máximo). Com 23% das partículas com diâmetro inferior a 2 μ m o que equivale ao percentual teórico de argilomineral presente na amostra, 71% das partículas entre 2 μ m e 20 μ m e 6% entre 20 μ m e 200 μ m. O diâmetro médio obtido a partir do gráfico da Figura 15 com base nas informações é de 7,45 μ m.

Tabela 6 - Diâmetro médio das partículas e classificação das matérias-primas

Amostras	10%	50%	90%	DM	<2 μ m	220 μ m	>20 μ m
Argila 01	1,33	6,00	15,77	7,51	17,00	80,00	3,00
Argila 02	1,08	4,72	12,36	5,94	22,00	76,00	2,00
Argila 03	0,97	5,11	17,91	7,45	23,00	71,00	6,00

4.1.3 Avaliação da Plasticidade

A tabela 7 apresenta os resultados dos Limites de Atterberg e a classificação das matérias-primas estudadas. A partir deste resultado é possível afirmar que algumas matérias-primas utilizadas pelas indústrias são materiais silte-arenosos e não apresentam plasticidade.

Tabela 7 - Limite de liquidez, limite de plasticidade, índice de plasticidade, classificação e tipo de matérias-primas

Amostras	LL	LP	IP	Classificação
Argila 01	36,85	24,21	12,64	Mediamente Plástica
Argila 02	44,46	32,31	12,15	Mediamente Plástica
Argila 03	48,10	33,08	15,02	Altamente Plástica

Conforme tabela 6, observa-se que as matérias-primas argila 01 e argila 02, apresentaram plasticidade mediamente plástica, podendo ser utilizada no processamento cerâmico como materiais desplastificante ou reguladores de plasticidade.

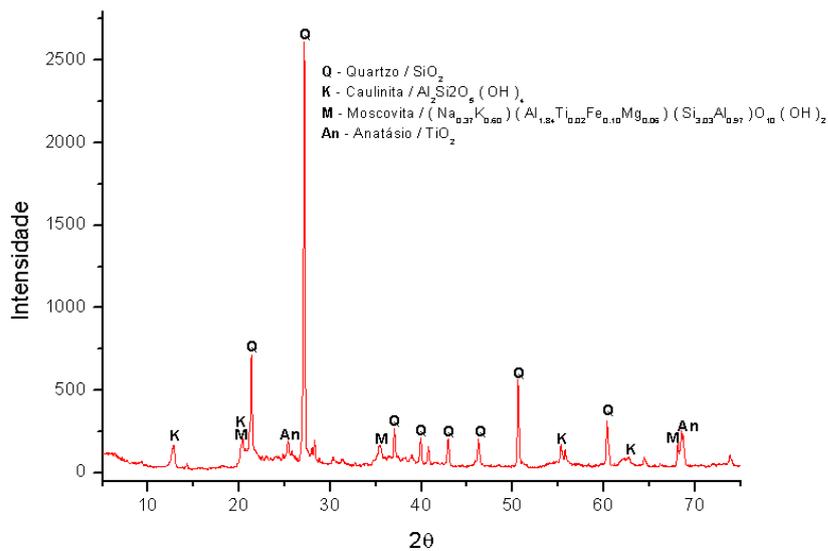
Tabela 8 - Classificação da plasticidade baseada no índice de plasticidade.

Índice de Plasticidade (IP)	Classificação
$IP > 15$	Altamente Plástico
$7 < IP < 15$	Mediamente Plástico
$1 < IP < 7$	Fracamente Plástico
$IP = 0$	Não Plástico

4.1.4 Análises Mineralógicas por Difração de Raios X (DRX)

Na Figura 4.4 é ilustrado o difratograma de raios-X obtido para a massa cerâmica estudada. Nota-se a presença da moscovita (argilomineral do grupo das micas), evidenciando a presença de potássio na amostra. Mica mineral lamelar e fundente. Por apresentar uma estrutura lamelar, caso esteja presente em grande quantidade, pode dificultar a secagem das peças cerâmicas e por ser fundente, pode causar o aparecimento do coração negro durante a queima em ciclos muito rápidos. O coração negro é um defeito que diminui a resistências das peças cerâmicas. Na fábrica, caso as peças cerâmicas apresentem esse defeito, deve-se fazer um aquecimento lento ou um patamar intermediário em torno de 350°C para haver oxidação completa da matéria orgânica e evitar o coração negro.

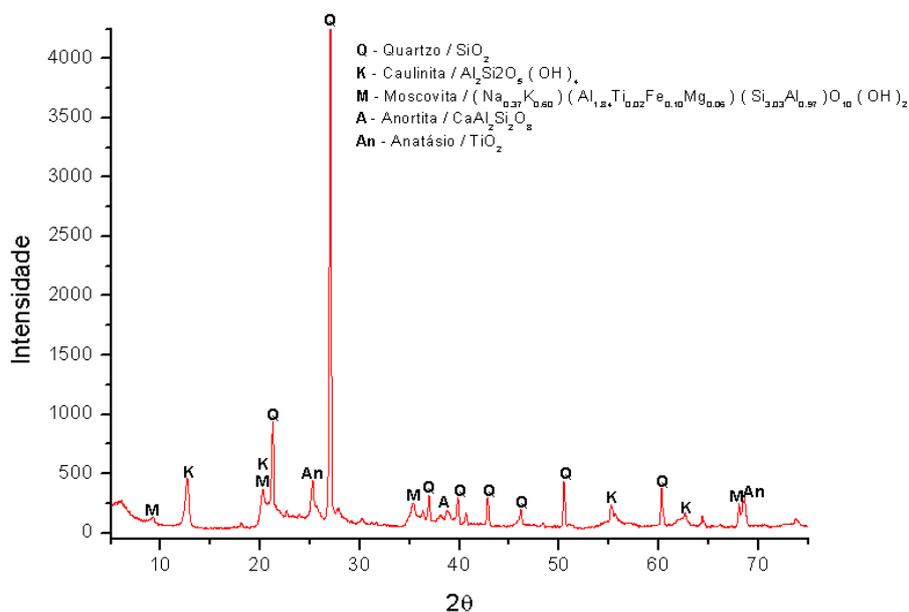
Figura 4.4 – Difratoograma de Raios-X da Argila 01.



É observada também a presença de quartzo que é o elemento mais abundante na crosta terrestre e é utilizado para diminuir a plasticidade, aumentar a permeabilidade da peça cerâmica a verde e controlar a retração, é proveniente, em sua maior fração, da argila não plástica.

A Figura 4.5 ilustra as fases ocorridas no difratogramas de raios X típicos das massas ceramicas estudadas. A análise dos difratogramas indica que a composição mineralogica delas é semelhante sendo dominada por minerais de argila e quartzo. A argila 02, a mesma apresentou reflexões características dos argilominerais caulinita e illita, além dos não argilosos quartzo e feldspato

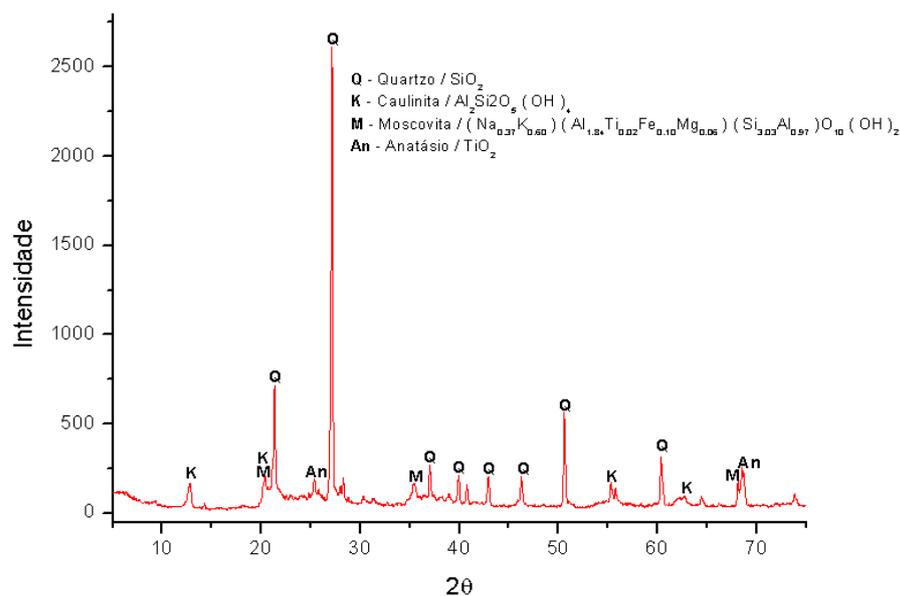
Figura 4.5 – Difratoograma de Raios-X da Argila 02



Observa-se o argilomineral predominante, para todas as amostras estudadas, é a caulinita, evidenciados pelos seus picos bastantes intensos e de forma bem definidos. Além da caulinita, é possível detectar picos característicos do mineral quartzo e mica do grupo das esmectitas o que vem justamente confirmar o resultado da fluorescência de raios x

A Figura 4.6 apresenta as fases do difratogramas de raios X da argila 03. Observa-se o argilomineral predominante, para todas as amostras estudadas, é a caulinita, evidenciados pelos seus picos bastantes intensos e de forma bem definidos. Além da caulinita, é possível detectar picos característicos do mineral quartzo e mica do grupo das esmectitas o que vem justamente confirmar o resultado da fluorescência de raios X

Figura 4.6 – Difratoograma de Raios-X da Argila 03



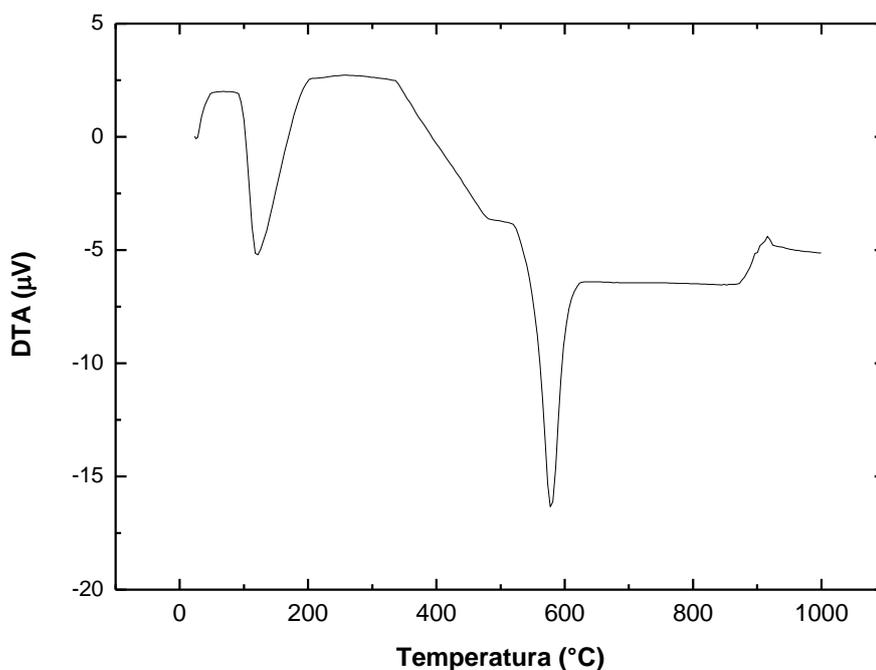
Observa-se também o fundente feldspato potássico na versão anortita responsável pela fusão a uma temperatura mais baixa, apresentou também reflexões do óxido de titânio TiO_2 que juntamente com os óxidos de ferro são responsável pela coloração dos componentes cerâmicos.

4.1.5 Análise Térmica Diferencial (DTA)

As figuras 4.7 a 4.9 ilustram as curvas de análise térmica diferencial das matérias-primas utilizadas neste trabalho.

A curva de DTA da Argila 01 (figura 4.7) apresenta um pico endotérmico entre as temperaturas de 50°C e 150°C, indicando provavelmente, a perda de água livre ou residual. O segundo pico endotérmico, na faixa de 450°C a 600°C, está associado ao processo de eliminação de íons OH das frações argilosas. O pico exotérmico por volta de 980°C está associado à transformação da metacaulinita em espinélio AL-SI.

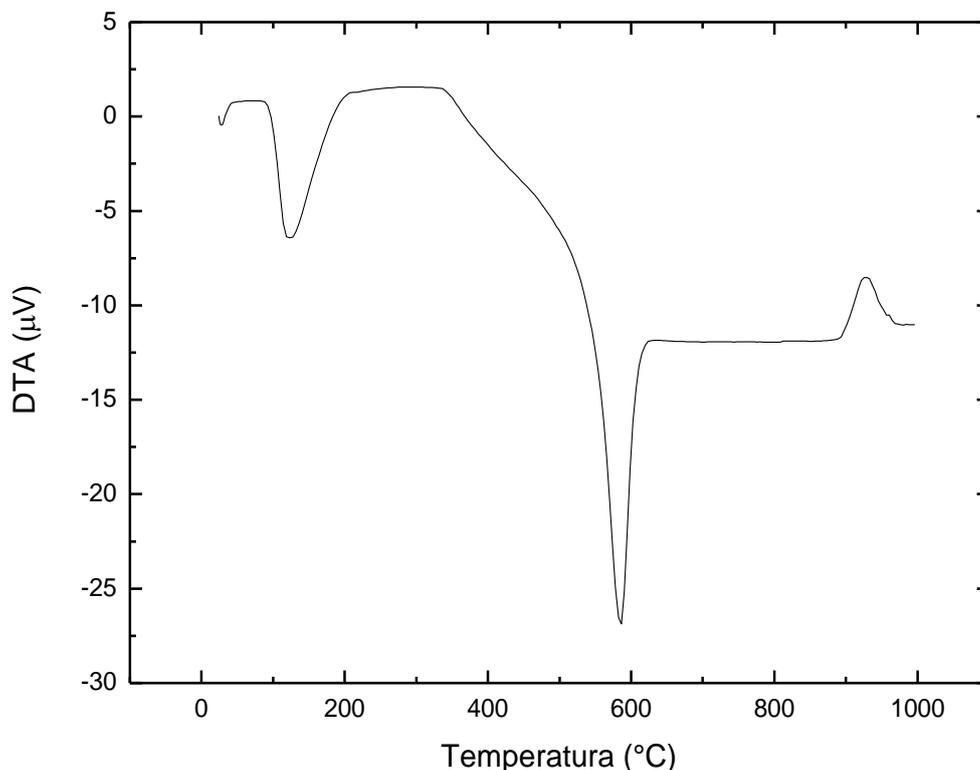
Figura 4.7 - Curva DTA da Argila 01



Através da análise da curva DTA da Argila 02 (figura 4.8), pode-se observar picos endotérmicos (entre 40°C e 150°C) que estão associados à eliminação de água residual ou água livre. Por volta de 578°C ocorre a transformação do quartzo α para o quartzo β havendo uma violenta expansão cristalina de volume, durante o resfriamento ocorre a retração decorrente da reação inversa (BARBA et al., 1997). Pode-se verificar também a presença de um pico exotérmico em torno de 980°C, nesta temperatura a

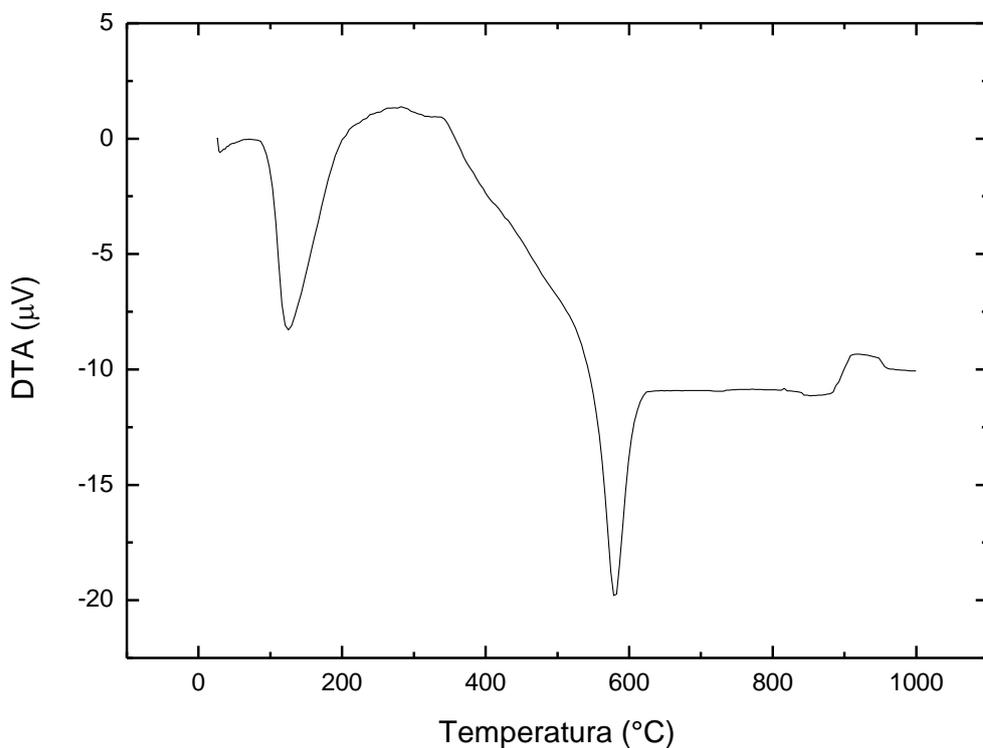
caulinita se decompõe em uma fase minoritária conhecida como espinélio de Si-Al, que está associada a formação de mulita primária e outra fase de aluminosilicatos amorfos, da argila que proporciona a formação de mulita secundária (BARBA et al., 1997).

Figura 4.8 - Curva DTA da Argila 02



Na curva de DTA da Argila 03 (figura 4.9) observa-se picos endotérmicos associados a eliminação de água residual (entre 30°C e 150°C) e a desidroxilação do material argiloso (entre 500°C e 600°C). O pico exotérmico por volta de 980°C é atribuído à decomposição da caulinita em uma fase minoritária conhecida como espinélio de Si-Al. Esta fase está associada a formação de mulita primária e fases de aluminosilicatos amorfos que proporcionam a formação de mulita secundária (BARBA et al., 1997).

Figura 4.9 - Curva DTA da Argila 03



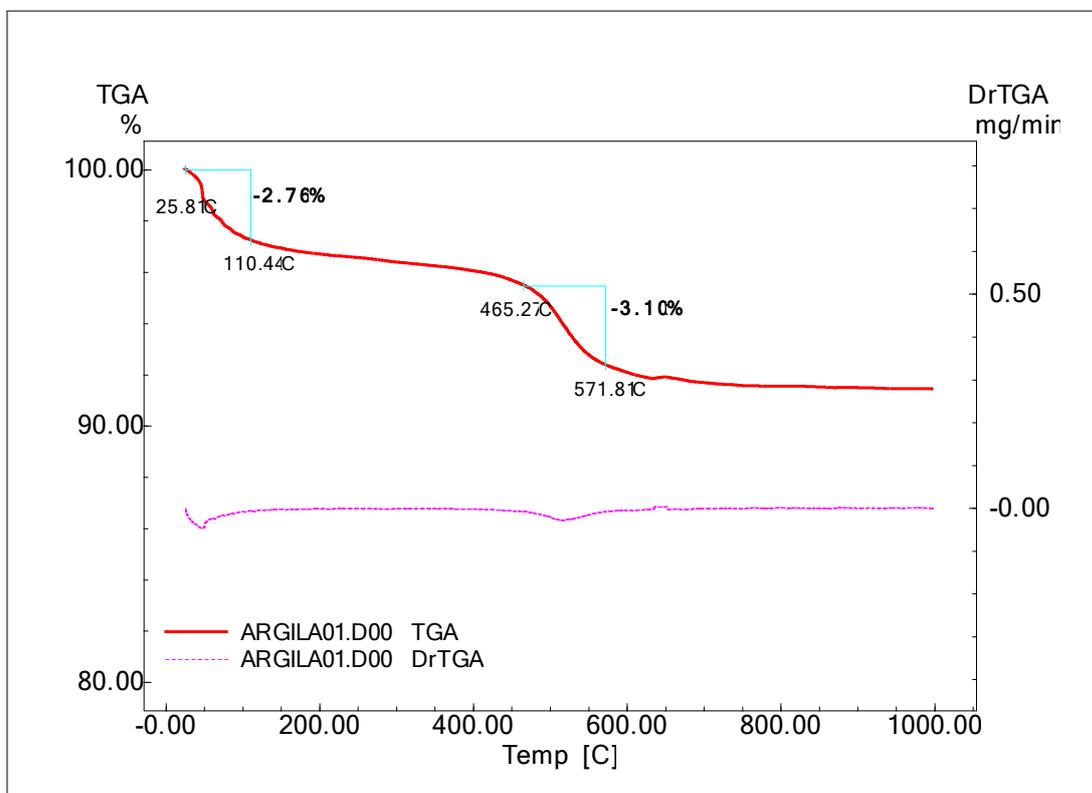
4.1.6 Análise Térmica Gravimétrica (DTG)

As Figuras de 4.10 a 4.11 ilustram as curvas TG/DTG da amostra de argila com as respectivas perdas de massa e temperaturas de pico na DTG.

Na curva termogravimétrica ilustrada são destacados dois eventos principais de perda de massa. O primeiro evento de perda de massa, da ordem de 2,76%, ocorre abaixo de 110°C. Isso é explicado pela perda da água adsorvida e também da umidade da amostra (SOUZA SANTOS, 1975). O segundo evento de perda de massa, da ordem de 3,10%, ocorre em torno de 560°C. De acordo com SOUZA SANTOS (1975) trata-se da perda das hidroxilas da estrutura dos argilominerais, uma vez que este processo inicia-se à temperatura de 450°C e se completa a 600°C. A argila analisada não apresentou ganhos de massa ao longo da análise. Ganho de massa é característico de uma argila caulinítica em virtude da formação da metacaulinita e também da mulita (fase cristalina) entre 900°C e 1000°C SOUZA SANTOS (1975). Em virtude deste

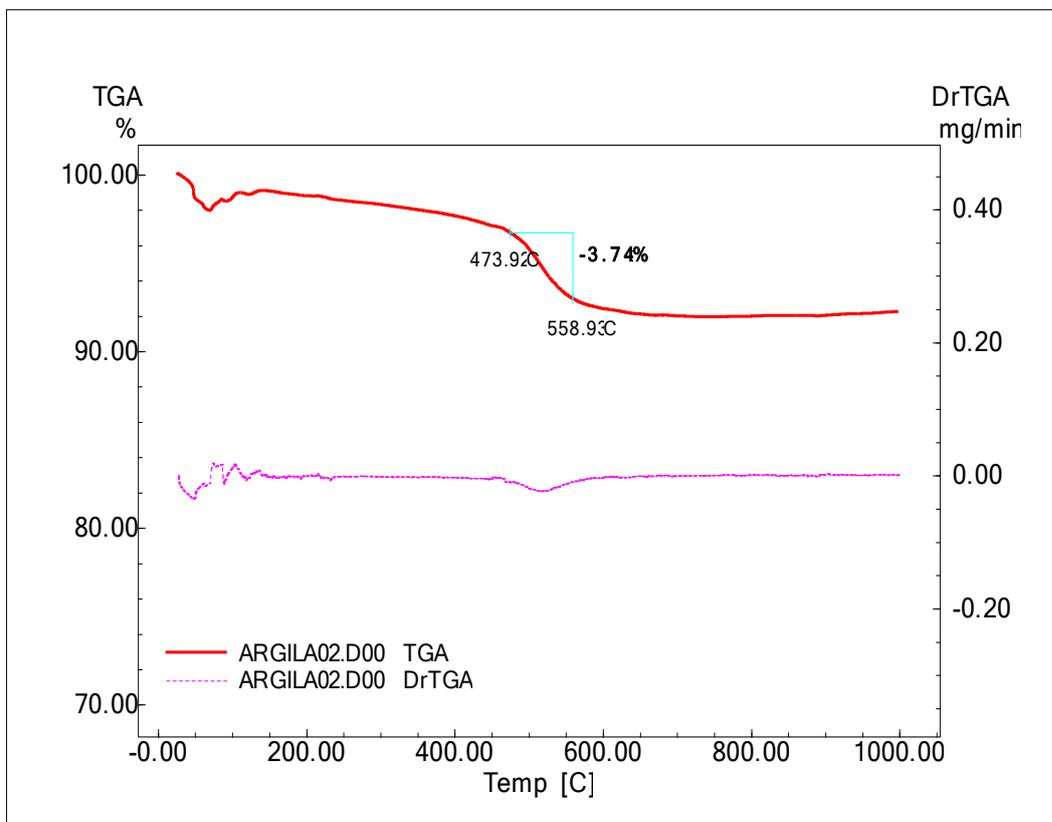
comportamento, a argila em questão foi caracterizada como sendo uma típica argila vermelha, com predominância de caulinita em sua composição.

Figura 4.10 - TG e DTG da Argila 01



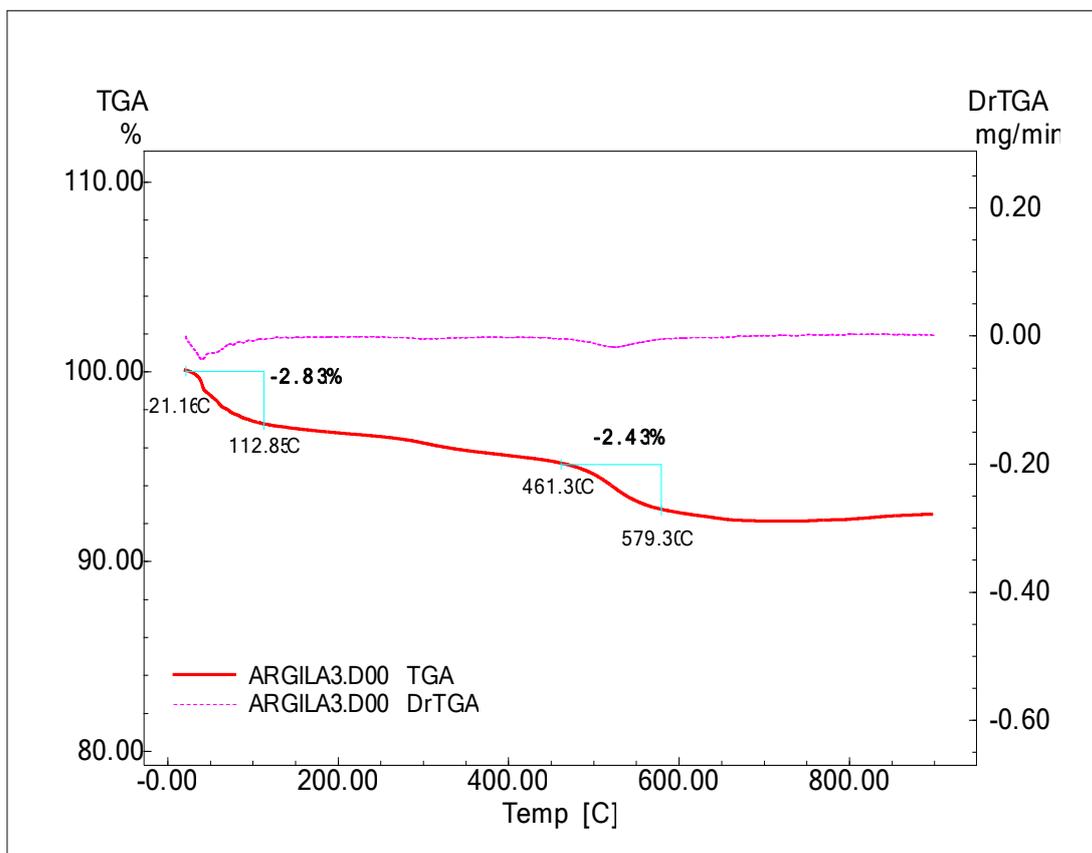
Na curva termogravimétrica (figura 4.10) mostrada, são destacados três eventos principais de perda de massa, sendo o primeiro observado na faixa de 50°C - 100°C onde a saída de água livre faz com que a massa da amostra decaia rapidamente verificando no gráfico é onde ocorreu a primeira queda acentuada na curva. O segundo evento se dá pela perda de matéria orgânica na faixa de 150°C - 400°C, nessa etapa diferentemente da anterior a perda de massa da amostra é de forma mais branda. Por fim a terceira queda na curva é na faixa de 400°C-550°C onde a amostra perde 3,10% de massa devido a saída da água estrutural, ou seja, a perda da água que fica entre as estruturas dos argilominerais. A partir de 600°C há estabilização de perda de massa do material. Como a curva de DTG possui uma variação mais notável nos permite uma leitura mais rápida da temperatura à qual a velocidade de perda de massa é máxima ou qual a sua taxa. Fenômenos semelhantes pode ser observados na figura 4.11.

Figura 4.11 - TG e DTG da Argila 02



A Figura 4.12 ilustra as curvas TG/DTG da amostra de argila 03 com as respectivas perdas de massa e temperaturas de pico na DTG. Na curva termogravimétrica mostrada são destacados dois eventos principais de perda de massa. O primeiro evento de perda de massa da ordem de 2,83% ocorre antes da amostra atingir 110°C. Isso é explicado pela perda da água adsorvida e também da umidade da amostra (SOUZA SANTOS, 1975). O segundo evento de perda de massa, da ordem de 2,43%, ocorre em torno de 560°C.

Figura 4.12 - TG e DTG da Argila 03



De acordo com SOUZA SANTOS (1975) trata-se da perda das hidroxilas da estrutura dos argilominerais, uma vez que este processo inicia-se à temperatura de 450°C e se completa a 600°C.

4.1.7 Análise Dilatométrica

As figuras 4.13 a 4.15 ilustram as curvas dilatométricas das Argilas em estudo.

Figura 4.13 – Dilatometria da Argila 01

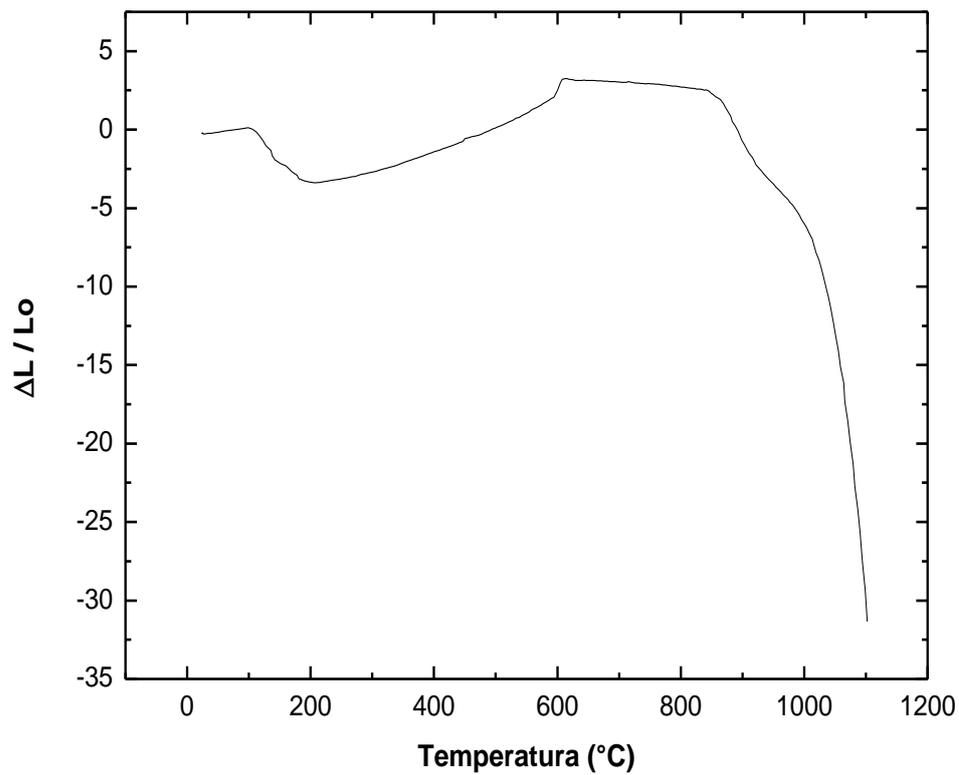


Figura 4.14 – Dilatometria da Argila 02

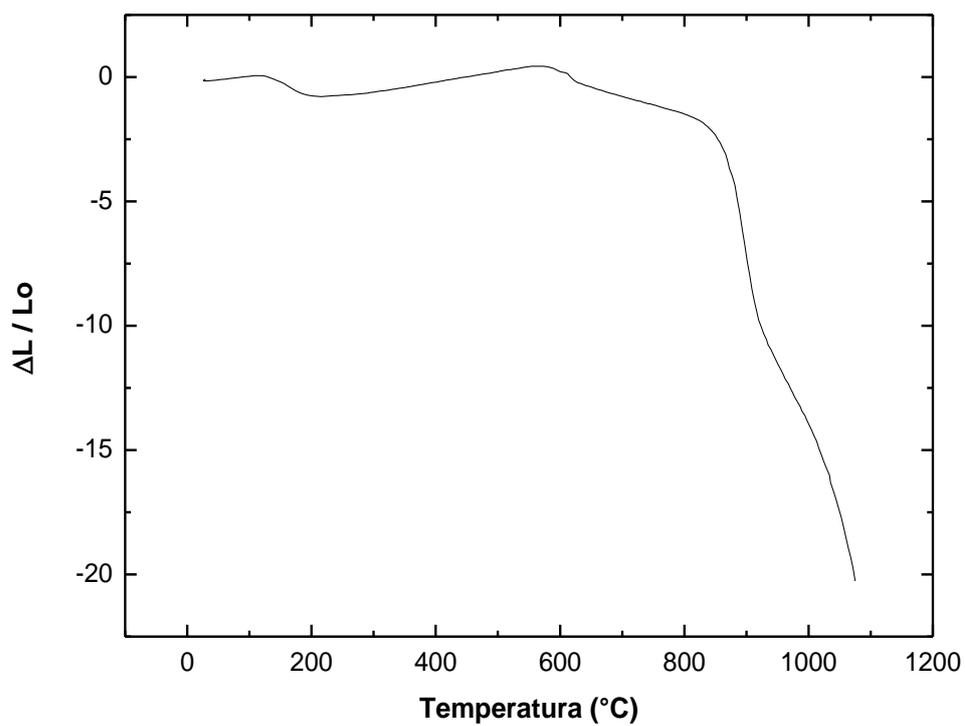
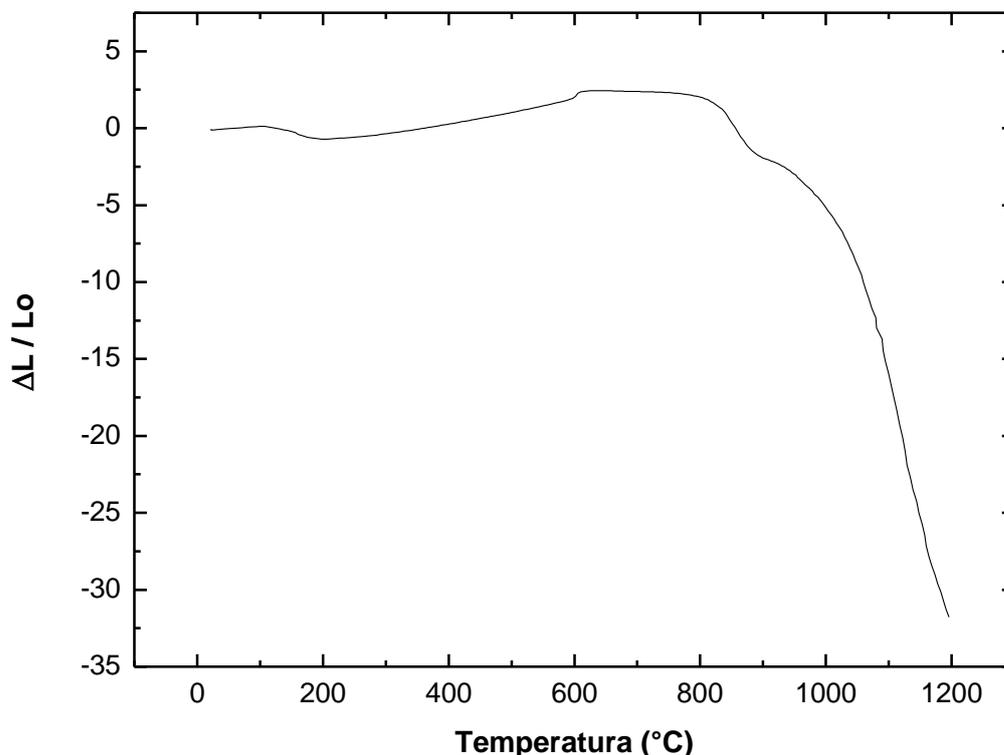


Figura 4.15 – Dilatometria Argila 03



Analisando as curvas dilatométricas das argilas em estudo, percebe-se que inicialmente há uma eliminação de água residual acarretando numa pequena expansão do material, notamos também uma leve retração por volta de 200°C à 350°C, devido a eliminação da água adsorvida dos minerais montmorilonitos, com grande perda de massa, visto que a estrutura deste argilomineral permite, podendo ter a liberação das oxidrilas dos hidróxidos (como o hidróxido de alumínio), e entre 400°C e 500°C, a eliminação da água estrutural dos diversos minerais argilosos em forma de vapor acontece (SANTOS 2001). Em seguida, há uma brusca queda devido a perda de massa por volta de 550°C, e uma crescente expansão. Bem próximo a essa temperatura, por volta de 573°C dá-se a transformação do quartzo alfa em beta havendo uma violenta expansão cristalina de volume, durante o resfriamento ocorre a retração decorrente da reação inversa. Em torno de 950°C inicia a sinterização do material. É observado que a argila 3 apresenta uma temperatura de sinterização superior à argila 01 e à argila 02. A sinterização da argila 2 se dá em 2 etapas, mesmo assim tem temperatura de sinterização superior à argila 1.

4.2 Caracterização dos corpos cerâmicos Sinterizados em Forno Convencional.

Propriedades Tecnológicas

A Tabela 9 contém os resultados da absorção de água dos corpos cerâmicos estudados, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. E a tabela 10 mostra os resultados de porosidade aparente para as três amostras sinterizadas.

Tabela 9- Absorção de água (AA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Argila 01	12,44±0,43	12,21±0,44	13,20±0,34	12,77±0,95	12,30±0,49	11,90±0,32	11,22±0,24	10,72±0,18
Argila 02	14,82±0,22	15,14±0,15	14,90±0,20	15,34±0,49	15,06±0,74	14,31±0,25	13,86±0,21	13,94±0,66
Argila 03	12,36±0,19	12,53±0,22	12,07±0,23	12,29±0,56	12,27±0,17	12,70±0,38	12,43±0,30	12,08±0,18

Analisando as Propriedades tecnológicas das Figuras 4.16 e 4.17 a seguir, observa-se que os valores de absorção de água para cada matéria-prima, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta. Este fenômeno é justificado por conta das fases líquido que acontece nessa temperatura, favorecendo o empacotamento do material e proporcionando a densificação interatômica das moléculas, com a porosidade fechada, a absorção de água por sua vez tenderá a cair e contribuirá para crescimento do módulo de resistência mecânica. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima. A argila 02, por exemplo, foi a que apresentou maior absorção de água 15,34%, sinterizado à 900°C e patamar de 60 minutos, enquanto que a argila 01 apresentou a menor absorção de água 10,72%, sinterizada à 1000°C com patamar de 60 minutos.

Figura 4.16 - Absorção d'água dos corpos de prova com patamar de 15 minutos.

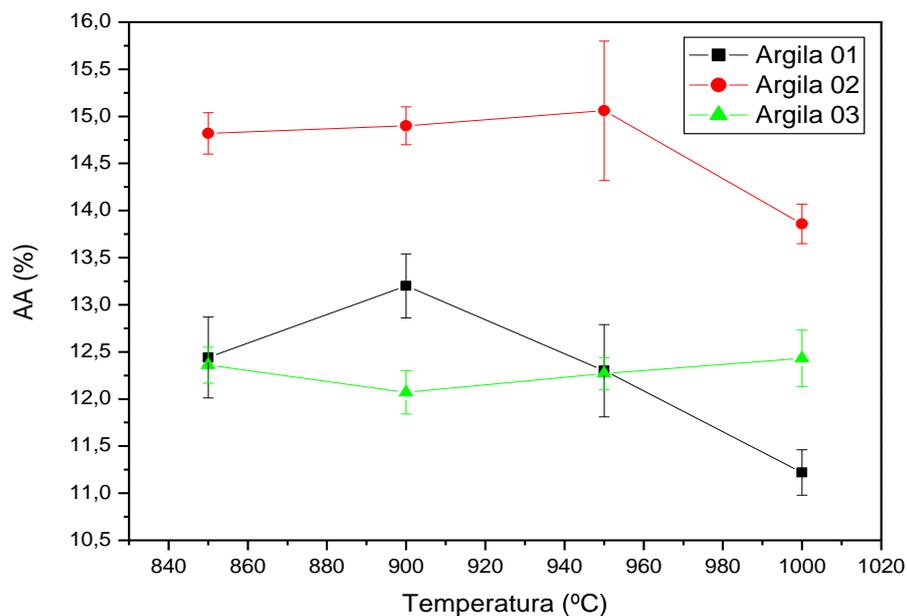
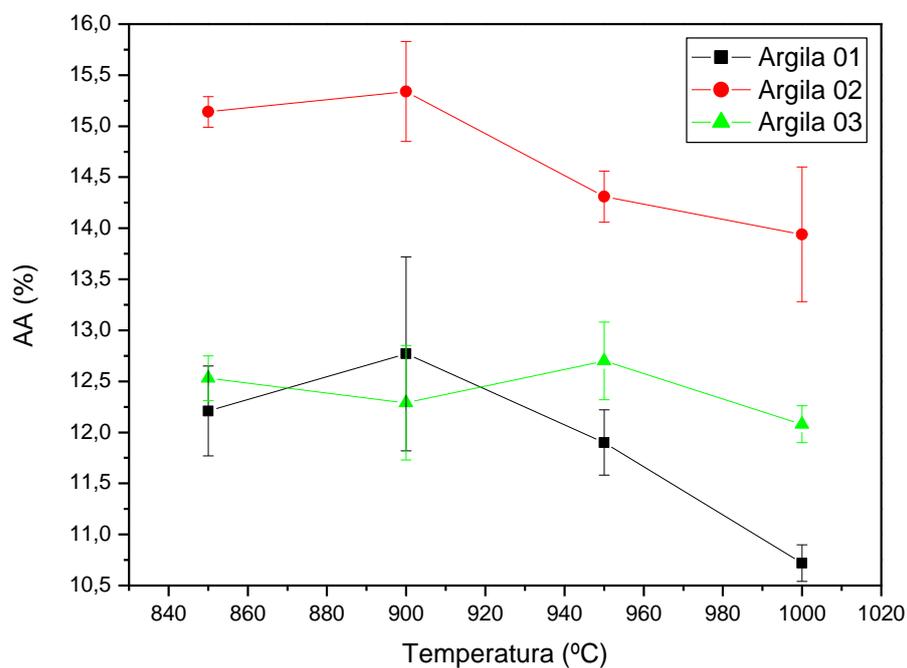


Figura 4.17 - Absorção d'água dos corpos de prova com patamar de 60 minutos.



A Tabela 10 contém os resultados da porosidade aparente das matérias-primas estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. Ainda de acordo com as informações da Tabela 10 e ilustração das figuras 4.18 e 4.19, a porosidade aberta do material cerâmico mantém uma relação direta com a capacidade

do mesmo em absorver água, fato comprovado pela comparação entre os resultados da porosidade aparente (PA) e absorção de água (AA) obtida neste trabalho.

Tabela 10 - Porosidade aparente (PA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Argila 01	27,40±0,85	27,00±0,84	28,82±0,51	27,94±1,67	27,20±0,90	26,52±0,55	25,09±0,44	24,15±0,33
Argila 02	31,19±0,39	31,84±0,25	31,45±0,36	32,15±0,92	31,88±1,16	30,66±0,47	29,90±0,39	30,04±1,09
Argila 03	27,43±0,35	27,79±0,44	26,93±0,48	27,25±1,15	27,38±0,32	28,05±0,62	27,60±0,54	26,94±0,39

Observa-se que os valores da porosidade aparente para cada formulação, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima. A argila 03, por exemplo, foi a que apresentou maior porosidade igual a 32,15%, sinterizada à 900°C com patamar de 60 minutos, porém a menor foi 24,15% sinterizada à 1000°C com patamar de 60 minutos, pertencente à Formulação 01. De uma maneira geral os resultados observados na diminuição da porosidade, em função do aumento da temperatura, é devido ao fechamento dos poros proporcionados pelas fases líquidas dos elementos fundentes presentes no material.

Figura 4.18 - Porosidade aparente dos corpos de prova com patamar de 15 minutos.

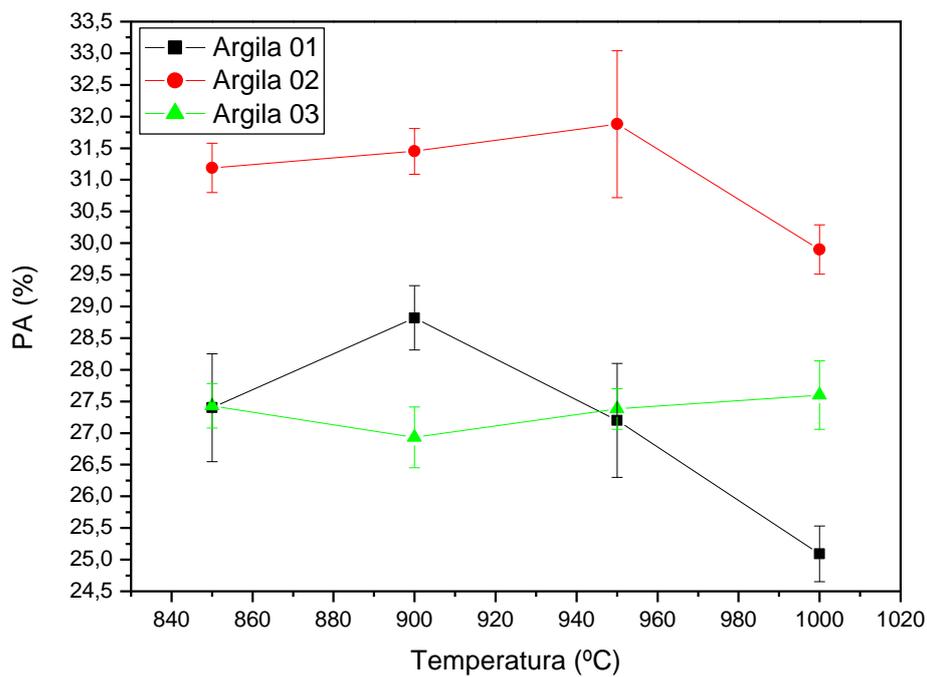
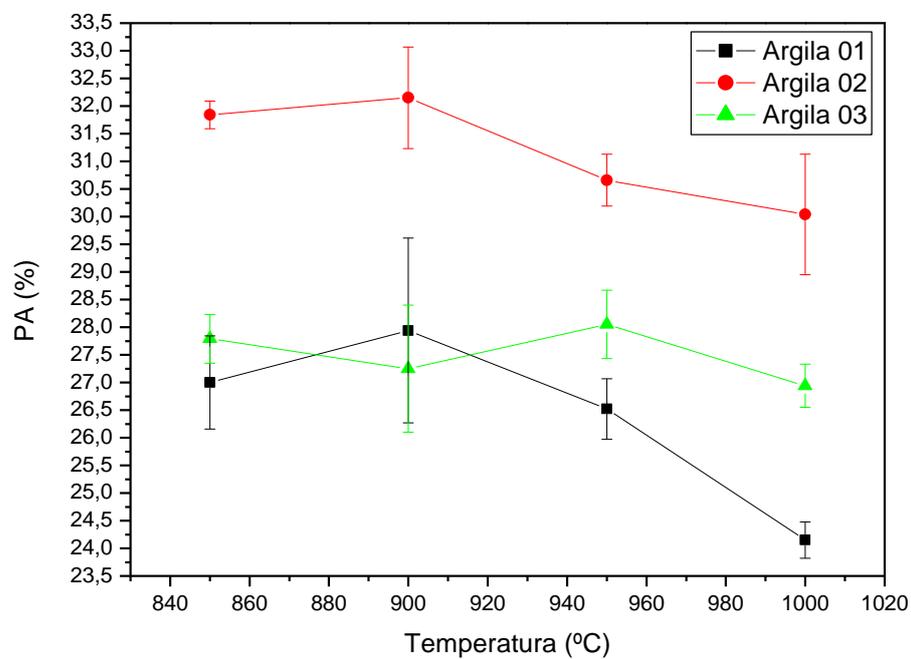


Figura 4.19 - Porosidade aparente dos corpos de prova com patamar de 60 minutos



A Tabela 11 abaixo, contém os resultados da massa específica das matérias-primas estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. Os dados desta tabela são mostrados nas figuras 4.20 e 4.21 para melhor comparação.

Tabela 11 - Massa específica aparente – MEA (g/cm³)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Argila 01	1,93±0,02	1,94±0,02	1,89±0,03	1,91±0,05	1,94±0,02	1,96±0,03	1,98±0,01	2,01±0,01
Argila 02	1,79±0,01	1,78±0,01	1,80±0,01	1,77±0,02	1,80±0,04	1,84±0,01	1,86±0,01	1,86±0,04
Argila 03	1,94±0,01	1,94±0,01	1,97±0,52	1,94±0,02	1,96±0,01	1,93±0,03	1,95±0,01	1,96±0,01

Percebe-se que a massa específica aparente das formulações na temperatura de queima obteve uma faixa pequena de variação. Percebe-se um aumento considerável na densificação das amostras em uma faixa de 1,77 a 2,01 g/cm³ devido naturalmente ao preenchimento dos poros do material utilizado por elementos fundentes presentes, aumentando assim a massa específica das amostras. A massa específica da argila 01 variou de 1,93 g/cm³ a 850°C no patamar de 15 minutos para 2,01 g/cm³ a 1000°C no patamar de 60 minutos.

Figura 4.20 - Massa específica aparente dos corpos de prova com patamar de 15 minutos.

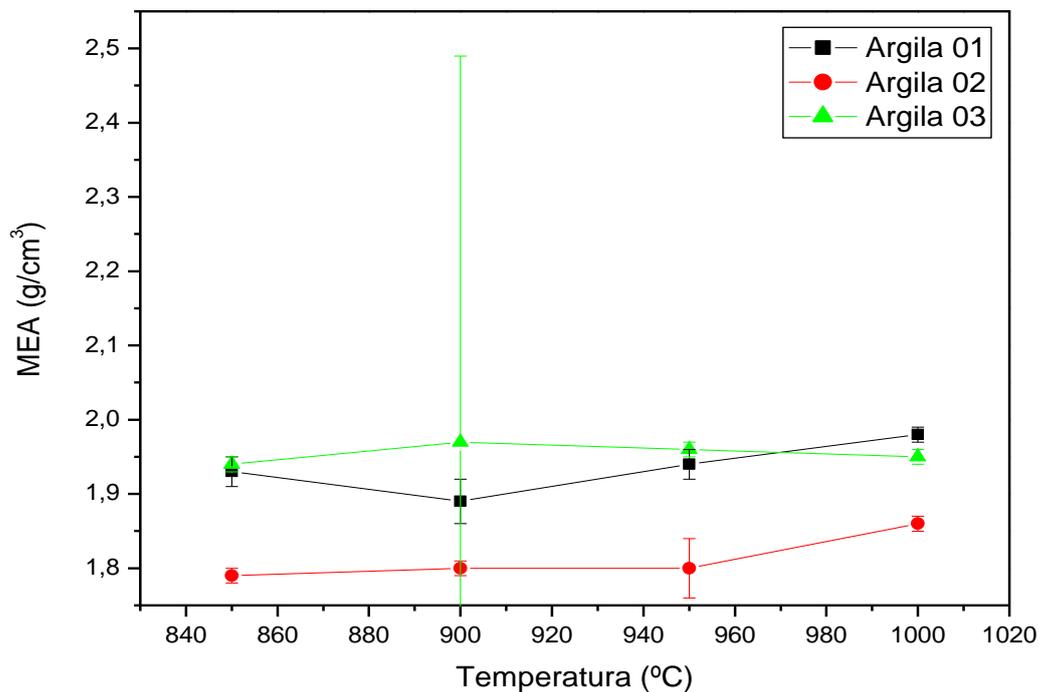
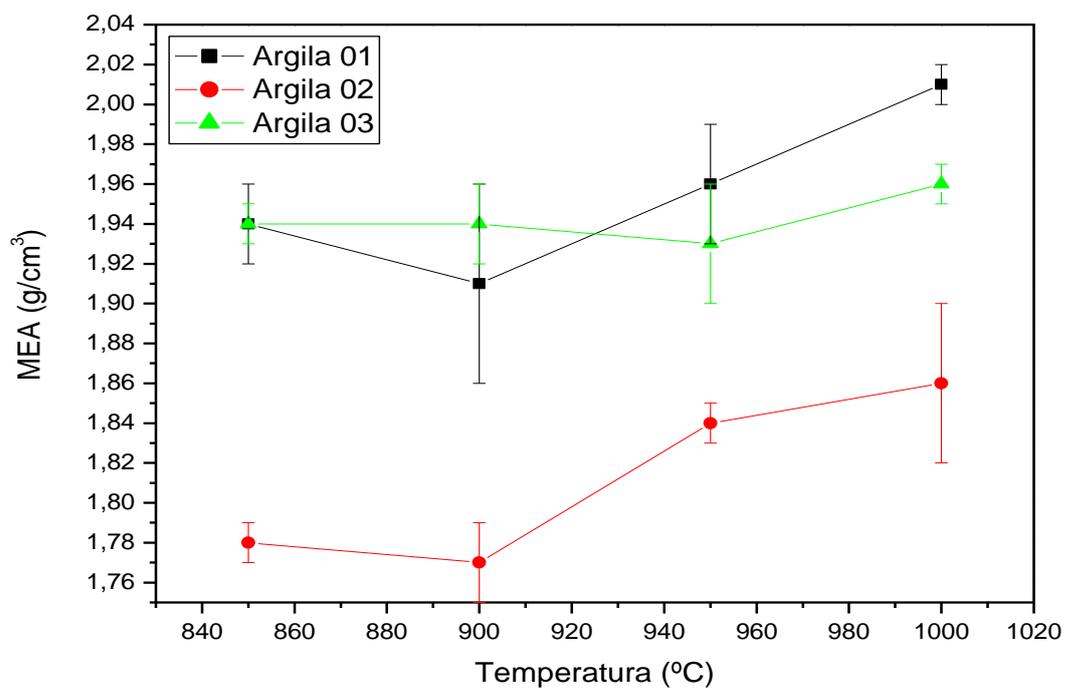


Figura 4.21- Massa específica aparente dos corpos de prova com patamar de 60 minutos

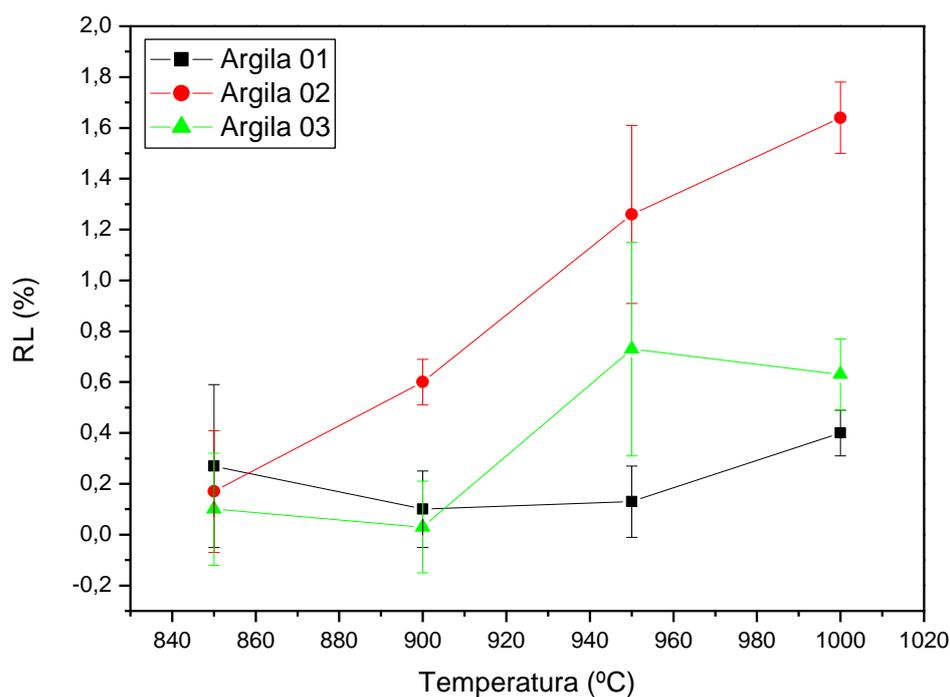


A Tabela 12 contém os resultados da retração linear das matérias-primas estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. E os mesmo dados são mostrados nas figuras 4.22 e 4.23 para melhor comparação.

Tabela 12 - Retração linear (RL%)

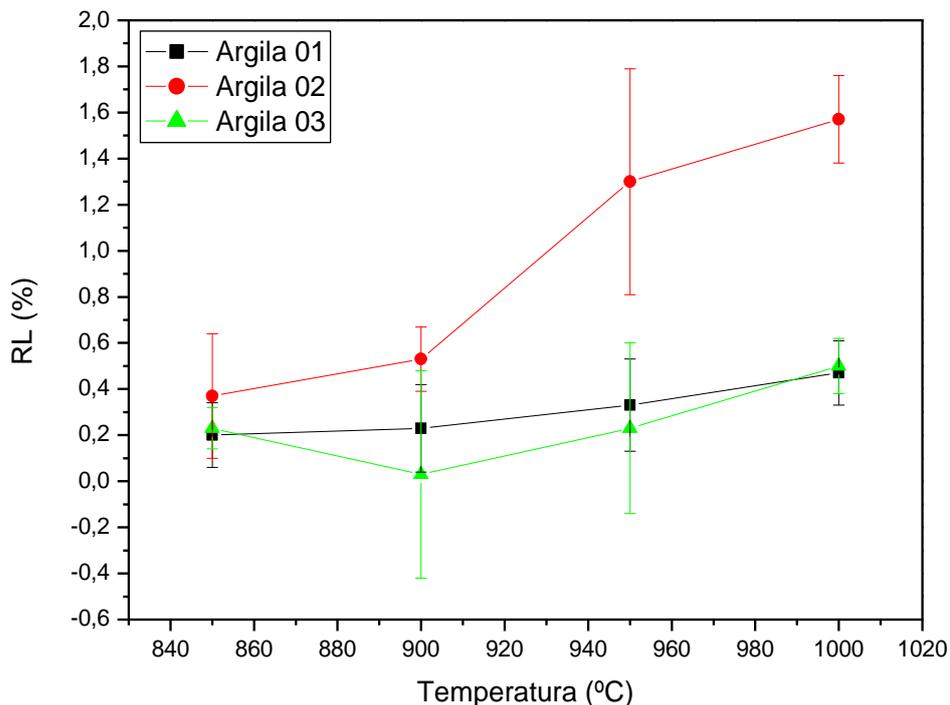
(°C)	850		900		950		1000	
Patamar (°C/min)	15	60	15	60	15	60	15	60
Argila 01	0,27±0,32	0,20±0,14	0,10±0,15	0,23±0,19	0,13±0,14	0,33±0,20	0,40±0,09	0,47±0,14
Argila 02	0,17±0,24	0,37±0,27	0,60±0,09	0,53±0,14	1,26±0,35	1,30±0,49	1,64±0,14	1,57±0,19
Argila 03	0,10±0,22	0,23±0,09	0,03±0,18	0,03±0,45	0,73±0,42	0,23±0,37	0,63±0,14	0,50±0,12

Figura 4.22 - Retração Linear dos corpos de prova com patamar de 15 minutos.



É possível observar que a argila 02 apresenta em todas as temperaturas de queima maiores valores para retração linear quando queimadas com patamar de 15 e 60 minutos. Esta propriedade deve ser analisada em conjunto com outras propriedades tecnológicas para definir qual o melhor resultado.

Figura 4.23 - Retração Linear dos corpos de prova com patamar de 60 minutos.



A Tabela 13 contém os resultados da tensão de ruptura e flexão das matérias-primas estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima.

Tabela 13 - Tensão de Ruptura e Flexão – TRF (MPa)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Argila 01	4,61±1,36	6,02±1,54	3,87±0,81	5,25±1,82	5,46±2,62	8,00±2,15	7,20±1,89	8,17±0,76
Argila 02	5,88±0,92	5,86±0,69	7,65±0,99	5,86±1,41	6,91±0,37	11,42±1,14	13,16±0,81	11,43±1,62
Argila 03	7,46±0,80	8,04±1,05	9,15±0,74	9,98±1,04	11,33±0,71	9,68±1,09	9,06±0,92	9,77±0,85

Verifica-se que com o aumento da taxa de aquecimento, ocorre também um incremento na tensão de ruptura à flexão dos corpos cerâmicos, e que quanto maior a temperatura de queima, também maior será o módulo de resistência mecânica dos corpos, porque o processo mostra os valores do módulo de ruptura à flexão em função da temperatura de queima.

As figuras 4.24 e 4.25 mostram com mais detalhes os dados da tabela 13 e analisando estes gráficos é possível observar que a massa utilizada atinge os valores especificados nas normas para a fabricação de tijolos maciços, blocos cerâmicos de vedação e blocos estrutural, que são de 2,0 MPa e 5,5 MPa, respectivamente

Figura 4.24 - Tensão de ruptura e flexão dos corpos de provas com patamar de 15 minutos.

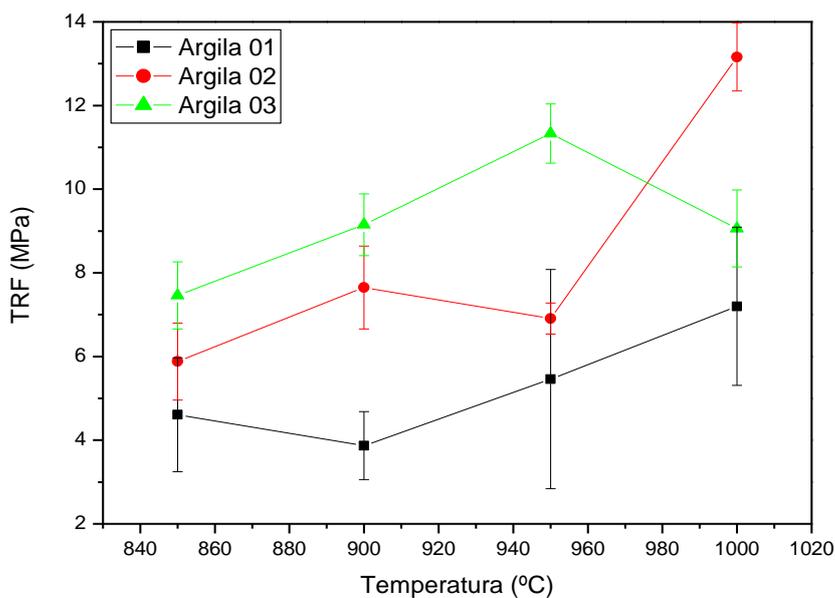
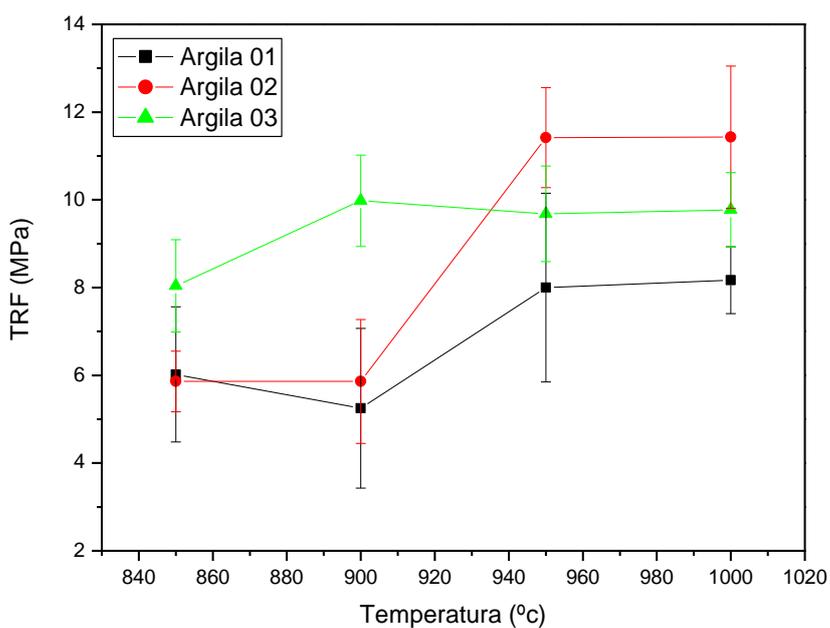


Figura 4.25 - Tensão de ruptura e flexão dos corpos de prova com patamar de 60 minutos.



Para a obtenção de telhas, o valor especificado de 6,5 MPa é atingido a partir de 950 °C com patamar de 60 minutos. Tudo isso dentro das especificações da NBR 15.270 (2005) e NBR 15.310 (2009).

4.3 Caracterizações das formulações

Propriedades Tecnológicas

A Tabela 14 abaixo, apresenta a composição das massas cerâmicas para produção em série de componentes de cerâmica estrutural, e as demais 15 a 17 os resultados obtidos nos ensaios tecnológicos dos corpos cerâmicos conformados por Extrusão com vácuo de 25 Pol/hg e sinterizados nas temperaturas de 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C, com patamares de 15min e 60min respectivamente em forno convencional.

Tabela 14 – Composições utilizadas para a formulação das massas cerâmicas

Formulação	A r g i l a s			
	Argila 01	Argila 02	Argila 03	Total (%)
F01	33,3	33,3	33,3	100,0
F02	25,0	50,0	25,0	100,0
F03	50,0	25,0	25,0	100,0
F04	25,0	25,0	50,0	100,0
F05	20,0	40,0	40,0	100,0
F06	40,0	40,0	20,0	100,0

A Tabela 15 contém os resultados da absorção de água das formulações estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima.

De acordo com a Tabela 15, observa-se que os valores de absorção de água para cada formulação, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta. Esse fato é justificado pelas fases líquidas ocorridas na sinterização proporcionadas pelos fundentes o que acarreta uma grande cristalização dos grãos e em contrapartida uma menor absorção de água. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima.

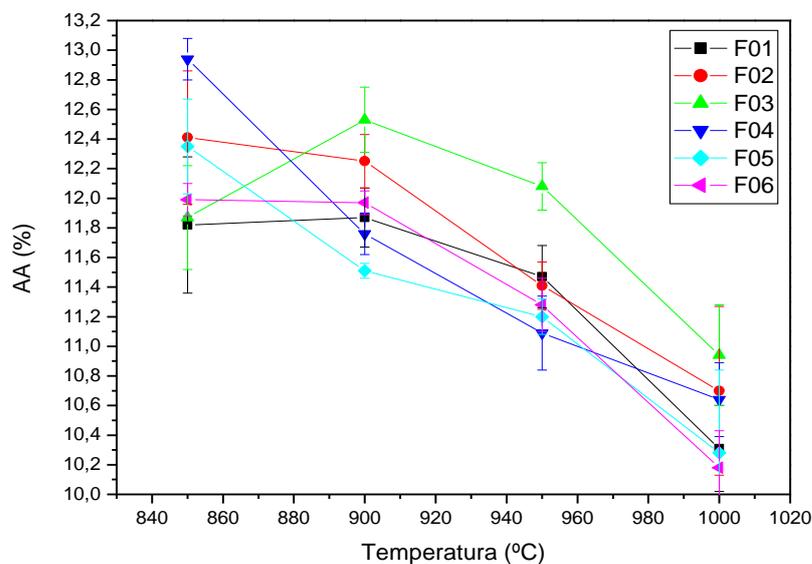
Tabela 15 – Absorção de água (AA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Formulação 01	11,82±0,46	12,86±0,05	11,87±0,20	10,51±1,94	11,47±0,21	11,47±0,21	10,31±0,29	8,86±0,19
Formulação 02	12,41±0,45	12,43±0,14	12,25±0,18	11,75±0,29	11,41±0,16	11,41±0,16	10,70±0,57	10,35±0,22
Formulação 03	11,87±0,35	12,47±0,17	12,53±0,22	12,02±0,15	12,08±0,16	12,08±0,16	10,94±0,34	10,32±0,33
Formulação 04	12,94±0,14	13,50±0,19	11,76±0,14	11,40±0,57	11,09±0,25	10,64±0,25	10,64±0,25	9,92±0,23
Formulação 05	12,35±0,32	12,45±0,13	11,51±0,05	11,19±0,25	11,20±0,12	11,20±0,12	10,28±0,56	9,24±0,67
Formulação 06	11,99±0,11	12,80±0,14	11,97±0,08	10,33±0,13	11,28±0,18	10,18±0,25	10,18±0,25	9,23±0,20

A Formulação 04, por exemplo, foi a que apresentou maior absorção de água 13,50%, sinterizado à 850°C e patamar de 60minutos enquanto a Formulação 01 apresentou a menor absorção de água 8,86%, sinterizada à 1000°C com patamar de 60minutos.

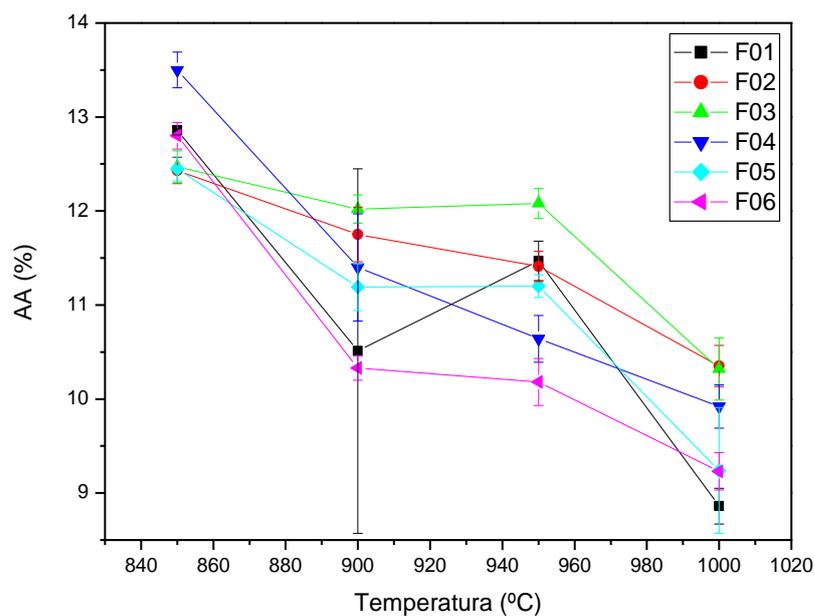
Da mesma forma como foi feito na seção anterior. Os gráficos a seguir (figuras 4.26 e 4.27) mostram de forma mais detalhada os dados apresentados na tabela 15.

Figura 4.26 – Absorção de água das formulações patamar de 15 minutos.



Observando a figura 4.26 é possível perceber que as formulações 01 e 03 apresentam baixa AA a temperatura menor que as outras formulações, o que gera uma economia de energia. No entanto, é necessário analisar cada temperatura e formulação individualmente juntamente com outras propriedades para definir qual ou quais formulações são as melhores para aplicações convencionais.

Figura 4.27 – Absorção de água das formulações com patamar de 60 minutos.



A Tabela 16 contém os resultados da porosidade aparente das formulações estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima.

Tabela 16 - Porosidade aparente (PA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Formulação 01	21,73±0,87	23,57±0,15	26,37±0,45	23,46±3,91	25,46±0,47	25,46±0,47	23,21±0,65	20,18±0,38
Formulação 02	22,46±0,88	22,70±0,21	27,20±0,43	25,68±0,67	24,94±0,52	24,94±0,52	23,72±1,26	23,27±0,44
Formulação 03	21,68±0,45	22,91±0,44	27,62±0,49	26,52±0,36	26,61±0,43	26,61±0,43	24,16±0,84	23,06±0,68
Formulação 04	24,03±0,32	24,87±0,40	25,82±0,36	24,97±1,19	24,33±0,61	23,69±0,57	23,69±0,57	22,21±0,63
Formulação 05	22,76±0,67	23,04±0,32	25,69±0,10	24,85±0,59	24,79±0,51	24,79±0,51	22,93±1,20	20,86±1,38
Formulação 06	21,79±0,20	23,45±0,29	26,71±0,20	22,75±0,26	24,98±0,46	22,81±0,67	22,81±0,67	20,81±0,38

Os dados da tabela anterior são mostrados nas figuras 4.28 e 4.29. De acordo com a Tabela 16 acima, a porosidade aberta do material cerâmico mantém uma relação direta com a capacidade do mesmo em absorver água, fato comprovado pela comparação entre os resultados da porosidade aparente (PA) e absorção de água(AA) obtidos neste trabalho. Observa-se que os valores da porosidade aparente para cada formulação, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta. A Formulação 03, por exemplo, foi a que apresentou maior porosidade igual a 27,62%, sinterizado à 900°C com patamar de 15 minutos, porém a menor foi 20,18% sinterizado à 1000°C com patamar de 60 minutos, pertencente à Formulação 01. De uma maneira geral os resultados observados na diminuição da porosidade em função do aumento da temperatura, é devido ao fechamento dos poros pelos elementos fundentes presentes.

A porosidade na cerâmica é um fator prejudicial para o desempenho mecânico das mesmas, todavia facilita o processo de secagem e evita aparecimento de defeitos mais comprometedores consequentes de gases formados durante a queima.

Figura 4.28 – Porosidade aparente das formulações com patamar de 15 minutos

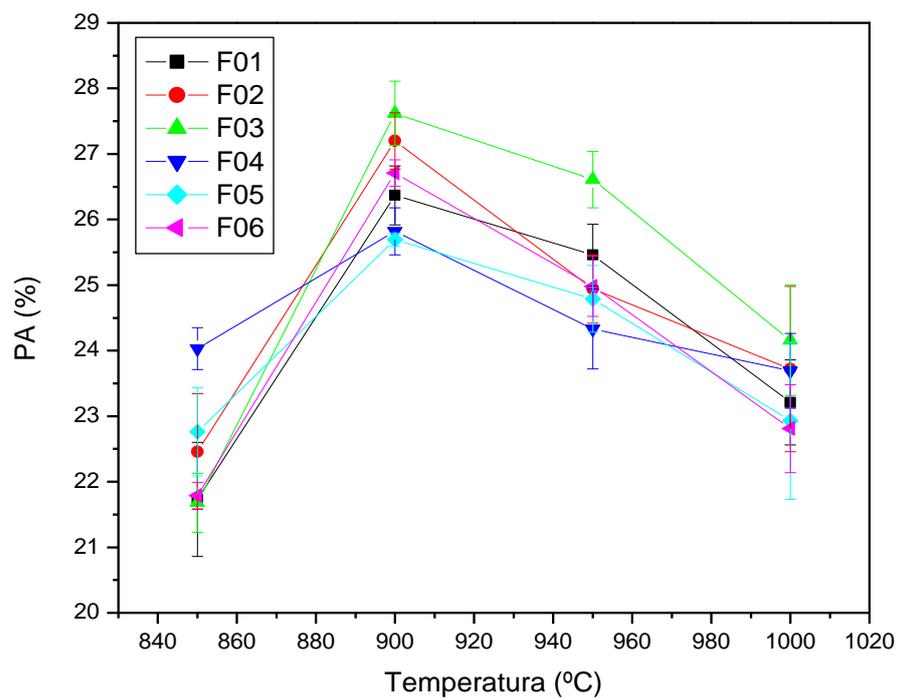
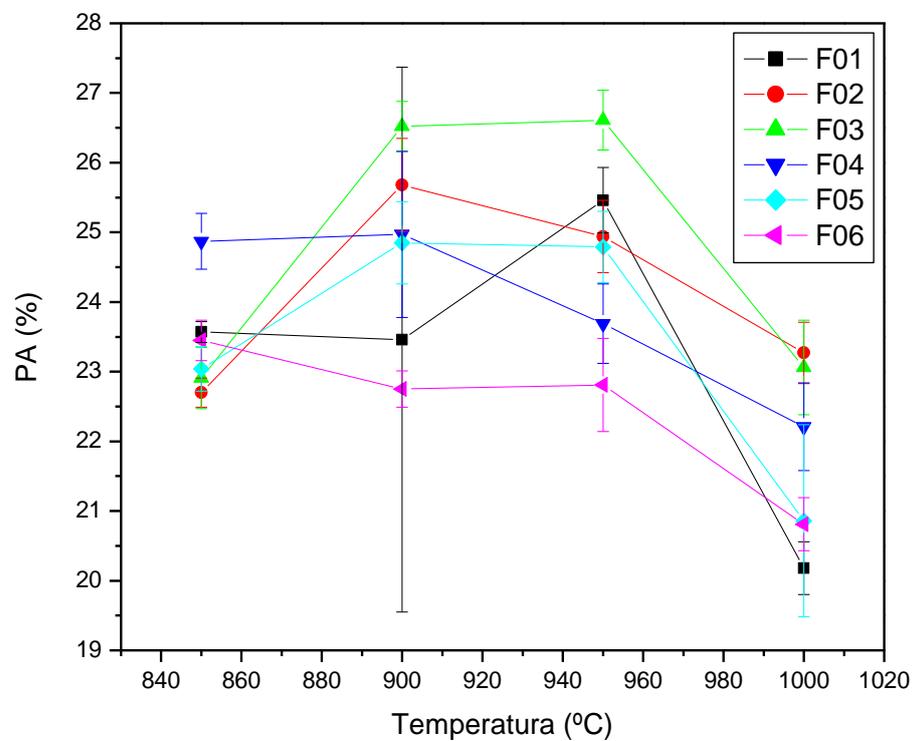


Figura 4.29 – Porosidade aparente das formulações patamar 60min



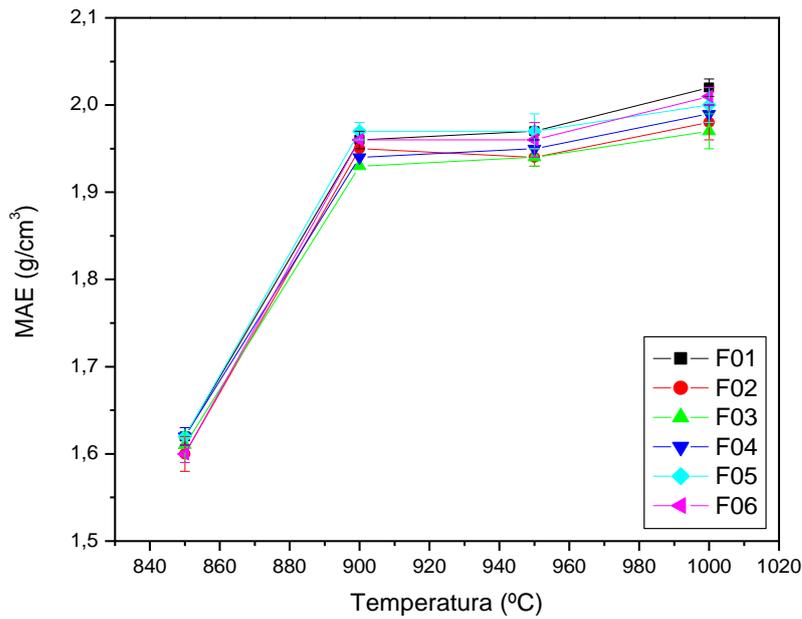
A Tabela 17 contém os resultados da massa específica aparente das formulações estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. Esta propriedade está associada aos resultados de absorção de água e porosidade aparente que foram apresentados anteriormente.

Tabela 17 - Massa específica aparente – MEA (g/cm³)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Formulação 01	1,62±0,01	1,60±0,00	1,96±0,01	2,01±0,10	1,97±0,01	1,97±0,01	2,02±0,01	2,08±0,01
Formulação 02	1,60±0,02	1,60±0,01	1,95±0,00	1,93±0,01	1,94±0,01	1,94±0,01	1,98±0,02	2,02±0,01
Formulação 03	1,61±0,02	1,61±0,01	1,93±0,00	1,94±0,00	1,94±0,01	1,94±0,01	1,97±0,02	2,00±0,02
Formulação 04	1,62±0,01	1,59±0,00	1,94±0,00	1,94±0,02	1,95±0,01	1,99±0,01	1,99±0,01	2,02±0,01
Formulação 05	1,62±0,00	1,62±0,01	1,97±0,01	1,97±0,01	1,97±0,02	1,97±0,02	2,00±0,02	2,05±0,03
Formulação 06	1,60±0,01	1,60±0,01	1,96±0,00	1,97±0,01	1,96±0,02	2,01±0,01	2,01±0,01	2,05±0,01

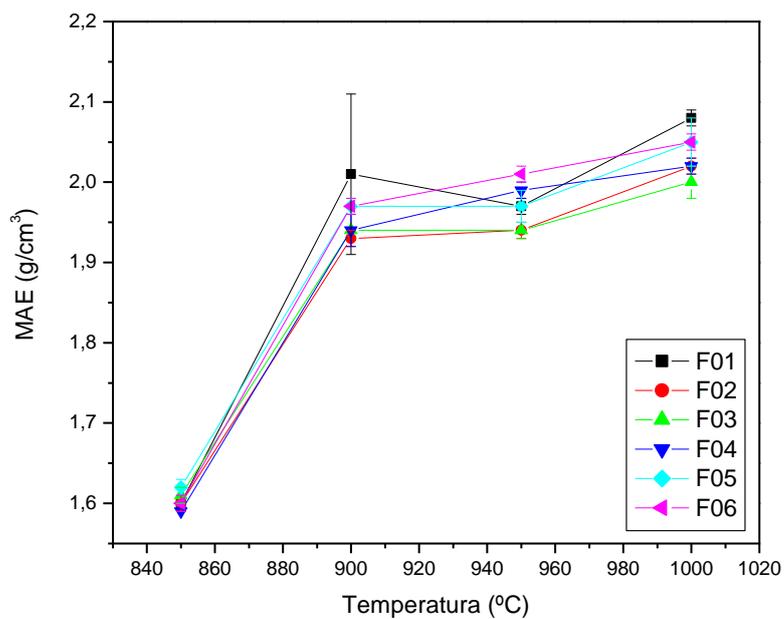
Nota-se que a massa específica aparente das formulações na temperatura de queima obteve uma faixa de variação, com uma crescente evolução. Esta evolução é melhor observada nas figuras 4.30 e 4.31. Entretanto, é importante perceber que esta propriedade é bem semelhante nas amostras queimadas a 900 e 950 °C.

Figura 4.30 – Massa específica aparente das formulações patamar de 15 minutos.



Percebe-se um aumento considerável na densificação das amostras em uma faixa de 1,60 a 2,08 g/cm³ devido naturalmente ao preenchimento dos poros do material utilizado por elementos fundentes presentes, aumentando assim a massa específica das amostras. A massa específica da formulação 06 variou de 1,60 g/cm³ a 850°C no patamar de 15 minutos para 2,05 g/cm³ a 1000°C no patamar de 60 minutos.

Figura 4.31 – Massa específica aparente das formulações patamar de 60 minutos.



A Tabela 18 contém os resultados da retração linear de queima das formulações estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima. Os mesmo resultados são apresentados na forma de gráfico nas figuras 4.32 e 4.33.

Tabela 18 - Retração linear (RL%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Formulação 01	0,10±0,41	1,29±0,38	0,23±0,97	0,37±2,12	0,64±1,57	1,08±0,81	1,35±2,01	2,23±1,86
Formulação 02	0,09±0,13	1,71±0,26	0,21±1,40	0,69±1,69	0,02±2,20	0,14±0,59	0,81±1,35	0,31±1,10
Formulação 03	0,36±0,03	1,77±0,24	0,11±0,21	0,29±0,57	0,26±1,56	0,67±1,47	0,39±2,15	0,79±0,37
Formulação 04	0,21±0,16	1,72±0,37	0,21±0,29	0,37±0,59	0,19±0,22	0,13±0,26	0,02±0,88	1,06±0,40
Formulação 05	0,00±0,28	2,16±0,68	0,46±1,87	0,16±2,94	1,46±1,64	1,20±1,59	1,04±1,43	1,12±2,14
Formulação 06	0,24±0,24	0,82±0,45	0,51±0,24	0,07±0,88	0,92±0,90	0,72±1,70	1,33±0,51	1,30±1,26

De forma geral, observa-se que a adição de matéria-prima plástica a formulação provoca um aumento nos valores de retração, fato este ligado ao aumento da quantidade de matéria orgânica na amostra, que provoca uma maior perda de massa do material. Os valores negativos encontrados para algumas formulações com maior quantidade de material não-plástico e sinterizados a temperatura de 850 e 950 °C denotam uma expansão do material durante o processo de queima.

Verifica-se que algumas formulações apresentam valores negativos de retração linear de queima (expansão dos CP'S), além de não mostrar evolução significativa com o aumento de temperatura. Nas formulações a que se destaca pela maior variação na RLq, passando de 0,25% para 2,00%. O conhecimento da variação dimensional ocasionado pelo processo de sinterização é fundamental para a adequação e padronização dimensional dos produtos cerâmicos.

Figura 4.32 – Retração linear das formulações patamar de 15 minutos.

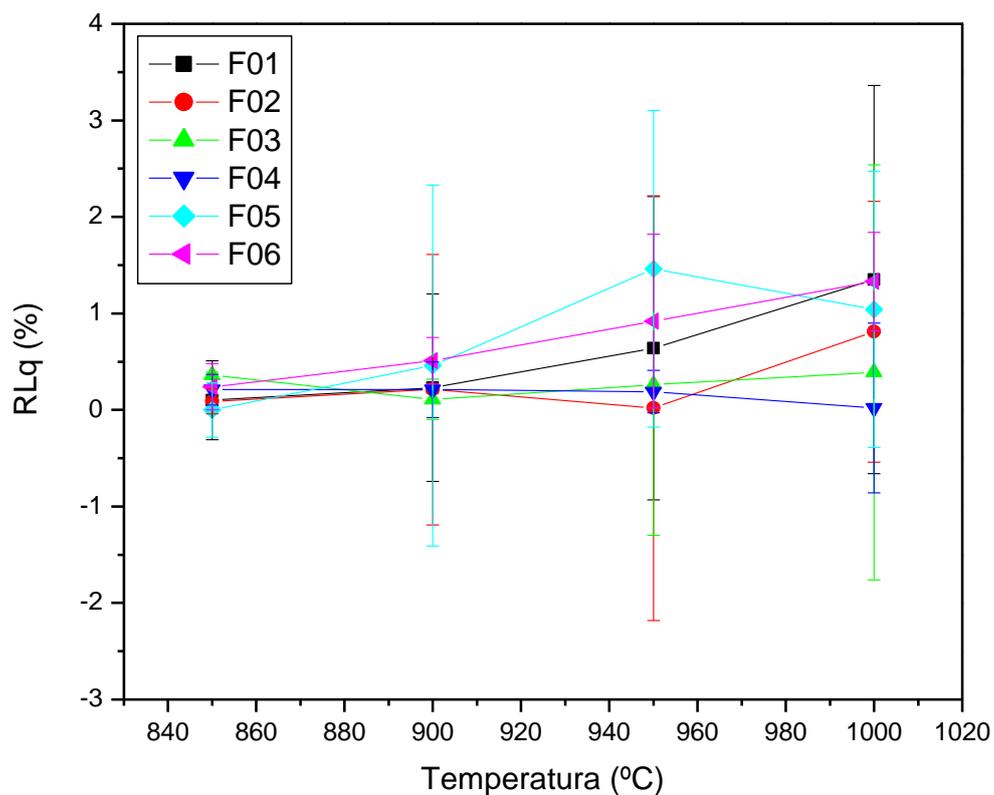
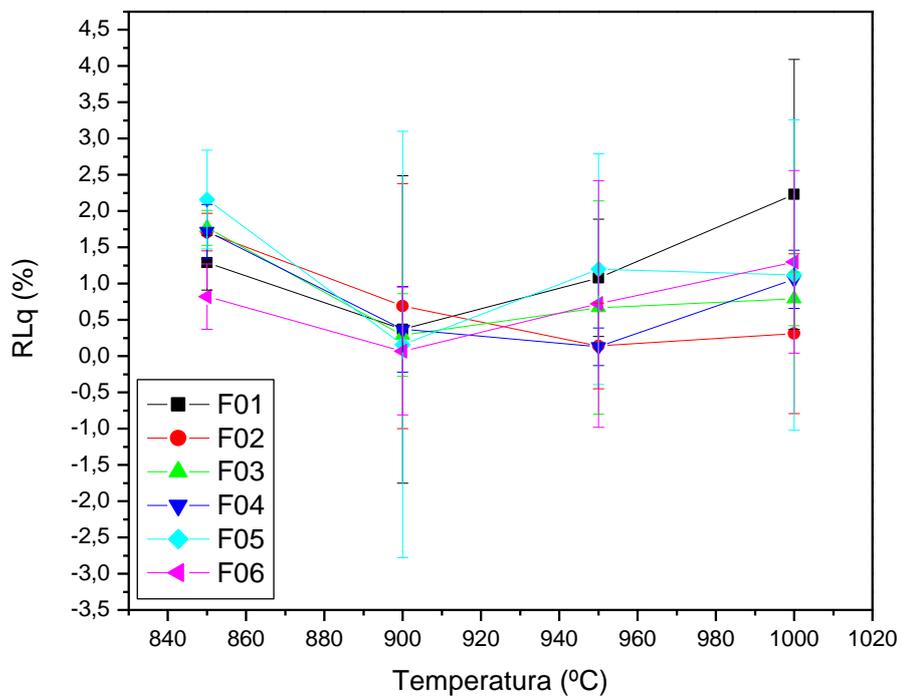


Figura 4.33 – Retração linear das formulações patamar de 60 minutos



A Tabela 19 contém os resultados da tensão de ruptura e flexão das formulações estudadas, com seus respectivos desvios padrões nas temperaturas de queima.

Tabela 19 - Tensão de Ruptura e Flexão – TRF (MPa)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Formulação 01	8,13±4,41	2,64±0,30	11,98±9,62	9,32±7,24	9,52±7,33	6,70±2,71	6,59±3,13	8,38±2,56
Formulação 02	2,61±0,68	3,15±0,29	2,95±0,77	11,61±2,78	11,71±2,83	5,25±4,74	6,62±4,29	6,40±2,75
Formulação 03	5,90±0,63	7,69±3,82	5,32±1,11	9,05±6,01	4,53±2,39	5,23±1,88	5,18±1,82	2,56±1,75
Formulação 04	2,11±0,33	2,47±0,22	8,81±3,96	14,40±1,65	12,19±5,41	9,52±5,35	9,52±5,35	10,15±2,57
Formulação 05	6,56±2,23	7,19±1,08	13,41±8,76	6,74±3,83	5,41±4,52	6,83±3,34	6,83±3,34	8,27±5,68
Formulação 06	8,67±0,01	4,64±2,29	12,38±2,56	4,22±3,29	4,32±3,36	4,32±3,36	4,07±1,84	8,67±3,15

Verifica-se que com o aumento da taxa de aquecimento, ocorre um aumento na tensão de ruptura à flexão dos corpos cerâmicos, e que quanto maior a temperatura de queima, também maior será a resistência dos corpos, porque o processo mostra os valores do módulo de ruptura à flexão em função da temperatura de queima. É possível observar com melhor clareza nas figuras 4.34 e 4.35.

Figura 4.34 – Tensão de ruptura e flexão das formulações patamar 15min.

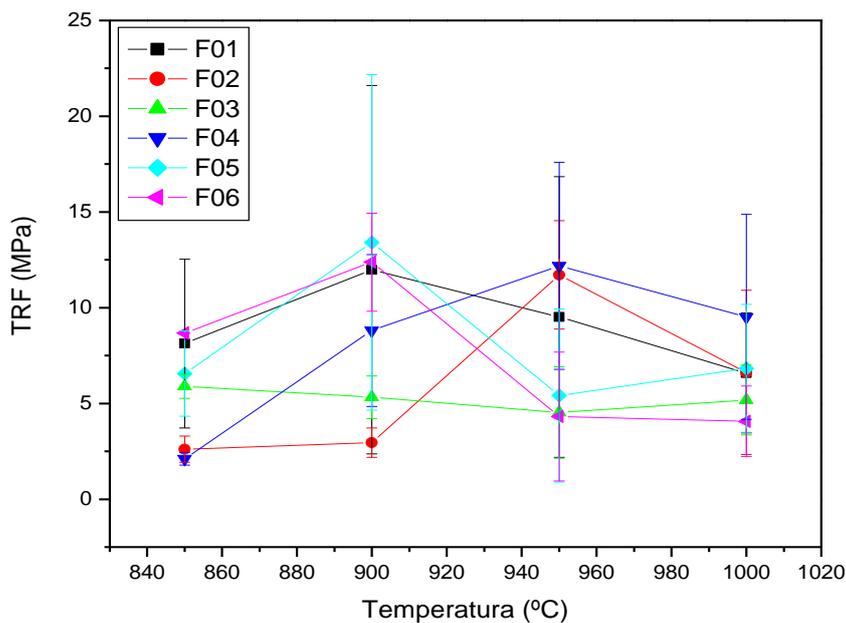
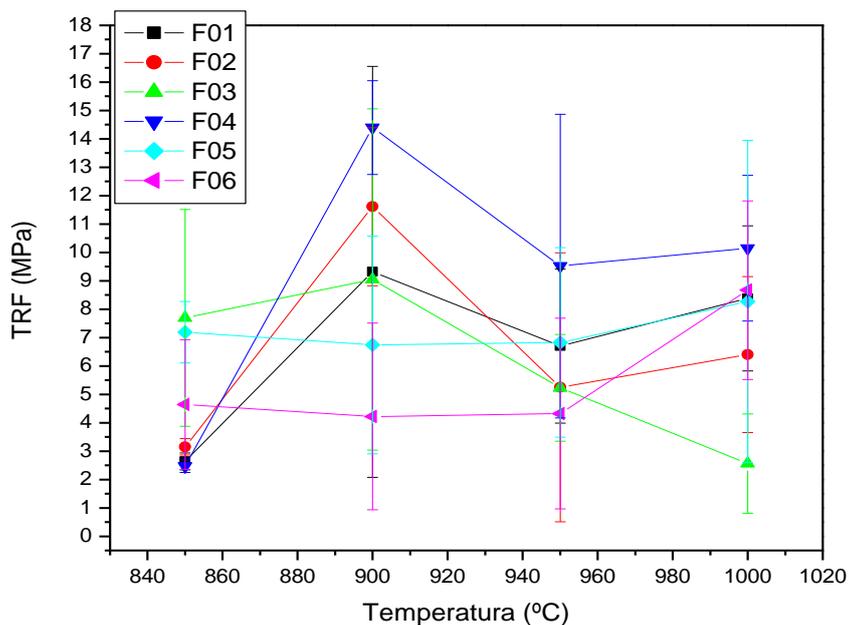


Figura 4.35 – Tensão de ruptura e flexão das formulações patamar 60min.



Observa-se que a massa utilizada atinge os valores especificados nas normas para a fabricação de tijolos maciços e blocos cerâmicos, que são de 2,0 MPa e 5,5 MPa, respectivamente. Para a obtenção de telhas, o valor especificado de 6,5 MPa é atingido a partir de 950 °C.

As Tabelas 20 a 24 apresentam os resultados obtidos nos ensaios tecnológicos dos corpos cerâmicos conformados por Prensagem a 25MPa e sinterizados nas temperaturas de 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C, com patamares de 15min e 60min respectivamente sinterizados em forno convencional.

Tabela 20 - Absorção de água (AA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Form. 1	13,33±0,21	13,23±0,19	12,99±0,28	13,47±0,22	12,72±0,25	12,33±0,25	12,28±0,50	11,36±0,21
Form. 2	13,68±0,12	13,70±0,30	13,39±0,18	13,62±0,06	13,24±0,34	13,32±0,22	12,71±0,41	12,06±0,57
Form. 3	13,04±0,23	12,95±0,34	12,82±0,19	12,68±0,44	12,43±0,15	12,40±0,23	11,44±0,20	11,58±0,30
Form. 4	13,16±0,20	12,79±0,12	12,79±0,16	12,55±0,47	12,44±0,50	12,06±0,29	11,71±0,09	11,63±0,27
Form. 5	13,15±0,13	13,09±0,29	12,84±0,15	12,93±0,16	12,88±0,46	12,74±0,25	11,76±0,20	11,61±0,18
Form. 6	13,18±0,34	13,33±0,47	13,03±0,34	13,16±0,06	13,07±0,51	12,83±0,30	12,46±0,56	12,00±0,29

Analisando a Tabela 20, percebe-se que os valores de absorção de água para cada formulação via de regra, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta, esse fenômeno é justificado devido ao processamento de empacotamento no material, proporcionado pela as fases líquida ocorrida na sinterização provocada pelos fundentes. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima. A Formulação 2, por exemplo, foi a que apresentou maior absorção de água 13,70%, sinterizado à 850°C e patamar de 60minutos enquanto a Formulação A apresentou a menor absorção de água 11,36%, sinterizada à 1000°C com patamar de 60minutos.

Observando os valores da Tabela 21, percebemos que a porosidade aberta do material cerâmico mantém uma relação direta com a capacidade do mesmo em absorver água, fato comprovado pela comparação entre os resultados da porosidade aparente (PA%) e absorção de água (AA%) obtida neste trabalho.

Tabela 21 - Porosidade Aparente (PA%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Form. 1(FA)	29,07±0,38	28,87±0,36	28,37±0,53	29,39±0,41	27,96±0,47	27,38±0,48	27,08±0,96	25,35±0,44
Form. 2(FB)	29,55±0,23	29,61±0,54	29,15±0,34	29,61±0,09	28,89±0,58	29,23±0,41	27,77±0,75	26,63±1,05
Form. 3(FC)	28,47±0,36	28,32±0,63	28,13±0,32	27,95±0,96	27,46±0,32	27,47±0,43	25,46±0,33	25,72±0,53
Form. 4(FD)	28,73±0,35	28,04±0,25	28,13±0,31	27,74±0,86	27,59±0,82	26,90±0,54	26,07±0,15	25,86±0,52
Form. 5(FE)	28,67±0,22	28,59±0,51	28,18±0,25	28,44±0,31	28,19±0,84	28,06±0,46	26,17±0,36	25,79±0,32
Form. 6(FF)	28,68±0,61	28,93±0,80	28,45±0,59	28,79±0,14	28,13±0,91	28,27±0,56	27,36±0,99	26,50±0,55

Observa-se que os valores da porosidade aparente para cada formulação, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima. A Formulação FB, por exemplo, foi a que apresentou maior porosidade igual a 29,61%, sinterizado à 850°C com patamar de 60 minutos, porém a menor foi 25,35% sinterizado à 1000°C com patamar de 60 minutos, pertencente à FA. De uma maneira geral os resultados observados na diminuição da porosidade em função do aumento da temperatura, é devido ao fechamento dos poros pelos elementos fundentes presentes.

A porosidade na cerâmica é um fator prejudicial para o desempenho mecânico das mesmas, todavia facilita o processo de secagem e evita aparecimento de defeitos mais comprometedores consequentes de gases formados durante a queima.

Na tabela 22, observa-se que a massa específica aparente (MEA) das formulações nas temperaturas de queima, obteve uma faixa de variação com uma crescente evolução.

Percebe-se um aumento considerável na densificação das amostras em uma faixa de 1,86 a 1,98 g/cm³ devido naturalmente ao preenchimento dos poros do material utilizado por elementos fundentes presentes, aumentando assim a massa específica das amostras. A massa específica, por exemplo, da formulação FF, variou de 1,88 g/cm³ a 850°C no patamar de 15 minutos para 1,94 g/cm³ a 1000°C no patamar de 60 minutos.

Tabela 22 - Massa Especifica Aparente (MEA g/cm³)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Form. 1	1,89±0,01	1,89±0,01	1,90±0,01	1,89±0,01	1,92±0,01	1,95±0,01	1,93±0,02	1,98±0,01
Form. 2	1,86±0,00	1,87±0,01	1,89±0,01	1,88±0,01	1,89±0,02	1,90±0,01	1,91±0,02	1,94±0,03
Form. 3	1,90±0,02	1,90±0,02	1,91±0,01	1,92±0,01	1,94±0,01	1,94±0,01	1,97±0,01	1,96±0,02
Form. 4	1,90±0,01	1,91±0,00	1,92±0,01	1,93±0,02	1,94±0,03	1,96±0,01	1,97±0,01	1,96±0,02
Form. 5	1,89±0,01	1,90±0,01	1,91±0,01	1,91±0,01	1,91±0,02	1,92±0,01	1,96±0,01	1,96±0,01
Form. 6	1,89±0,02	1,88±0,02	1,90±0,02	1,90±0,01	1,90±0,03	1,92±0,01	1,92±0,03	1,94±0,01

De forma geral, de acordo com a Tabela 23, observa-se que a adição de matéria-prima plástica a formulação provoca um aumento nos valores de retração, fato este ligado ao aumento da quantidade de matéria orgânica na amostra, que provoca uma maior perda de massa do material. Os valores negativos encontrados para algumas formulações com maior quantidade de material não plástico e sinterizados a temperatura de 850 e 950 °C denotam uma expansão do material durante o processo de queima.

Tabela 23 - Retração Linear (RL%)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Form. 1-FA	0,83±0,41	0,12±0,09	0,32±0,09	1,03±0,43	0,47±0,11	1,44±0,46	1,64±0,20	1,17±0,29
Form. 2-FB	0,10±0,12	0,60±0,48	0,10±0,15	0,90±0,43	0,34±0,12	0,47±0,08	0,81±0,08	1,38±0,14
Form. 3-F C	0,63±0,43	-0,03±0,14	1,07±0,43	0,50±0,12	1,07±0,43	0,50±0,12	1,53±0,43	1,21±0,07
Form. 4-FD	0,73±0,43	0,75±0,55	0,24±0,15	1,10±0,36	0,39±0,10	1,30±0,46	0,87±0,07	1,38±0,07
Form. 5-FE	0,73±0,43	-0,03±0,18	1,07±0,43	0,40±0,09	1,23±0,43	0,60±0,15	1,80±0,46	1,58±0,09
Form. 6-F F	0,67±0,42	0,87±0,43	1,07±0,43	1,17±0,39	1,23±0,43	1,33±0,42	1,73±0,36	1,48±0,18

Verifica-se que algumas formulações apresentam valores negativos de retração linear de queima (expansão dos CP'S), além de não mostrar evolução significativa com o aumento de temperatura. O conhecimento da variação dos corpos de provas ocasionado pelo processo de sinterização é fundamental para a adequação e padronização dimensional dos produtos cerâmicos.

De acordo com a Tabela 24, verifica-se que com o aumento da taxa de aquecimento, ocorre um aumento na tensão de ruptura à flexão dos corpos cerâmicos, e que quanto maior a temperatura de queima, também maior será o módulo de resistência dos corpos, porque o processo mostra os valores do módulo de ruptura à flexão em função da temperatura de queima. Observa-se que as formulações processadas e sinterizadas atingiram os valores especificados nas normas NBR 15.270 (2005) para a fabricação de tijolos maciços e blocos cerâmicos vazados e blocos cerâmico estrutural que são de 2,0 MPa e 5,5 MPa, respectivamente. Para a obtenção de telhas 15.310(2009), o valor especificado de 6,5 MPa.

Tabela 24 - Tensão de Ruptura e Flexão (Mpa)

Temperatura (°C)	850		900		950		1000	
	15	60	15	60	15	60	15	60
Patamar (°C/min)								
Form. FA	3,87±0,81	4,61±1,36	4,87±0,81	5,25±1,82	5,46±2,62	8,00±2,15	7,20±1,89	8,17±0,76
Form. FB	5,80±0,92	5,81±0,69	7,65±0,99	5,86±1,41	6,91±0,37	11,42±1,14	13,16±0,81	11,43±1,62
Form. FC	7,40±0,80	8,04±1,05	9,10±0,74	9,98±1,04	11,30±0,71	9,68±1,09	9,06±0,92	9,77±0,85
Form. FD	4,61±1,36	6,02±1,54	3,87±0,81	5,25±1,82	5,46±2,62	8,00±2,15	7,20±1,89	8,17±0,76
Form. FE	5,88±0,92	5,86±0,69	7,65±0,99	5,86±1,41	6,91±0,37	11,42±1,14	13,16±0,81	11,43±1,62
Form. FF	7,46±0,80	8,04±1,05	9,15±0,74	9,98±1,04	11,33±0,71	9,68±1,09	9,06±0,92	9,77±0,85

Na discussão do módulo de resistência mecânica, verificou-se um aumento substancial na tensão de ruptura, com a elevação da temperatura, isto se deve a presença de materiais fundentes que ocupam os espaços vazios do material e aumenta a coesão entre os argilominerais da amostra, dando a mesma uma maior resistência para romper suas ligações químicas intermoleculares.

Resumo das Propriedades Tecnológicas

Absorção de água-AA (%) e Módulo de Resistência mecânica-TRF (MPa) das Formulações Prensadas sinterizadas em Forno Convencional e Microondas.

De acordo com as tabelas abaixo, percebe-se que os valores de Absorção de água (AA) e Tensão de ruptura e flexão (TRF) contemplados nas formulações sinterizadas em forno convencional e em forno microondas estão de acordo com as norma vigentes. A absorção para cada formulação via de regra, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta, isso naturalmente devido ao processamento do empacotamento proporcionado pela fase líquida, provocado pelos fundentes. No entanto, este comportamento varia de matéria-prima para matéria-prima. A Formulação F2, por exemplo, foi a que apresentou maior absorção de água 13,86% e também a menor absorção 12,64%, sinterizado à 850°C e patamar de 60minutos em forno microondas, enquanto a Formulação F3 apresentou a menor absorção de água 11,44%, sinterizada em forno convencional à 1000°C com patamar de 60minutos.

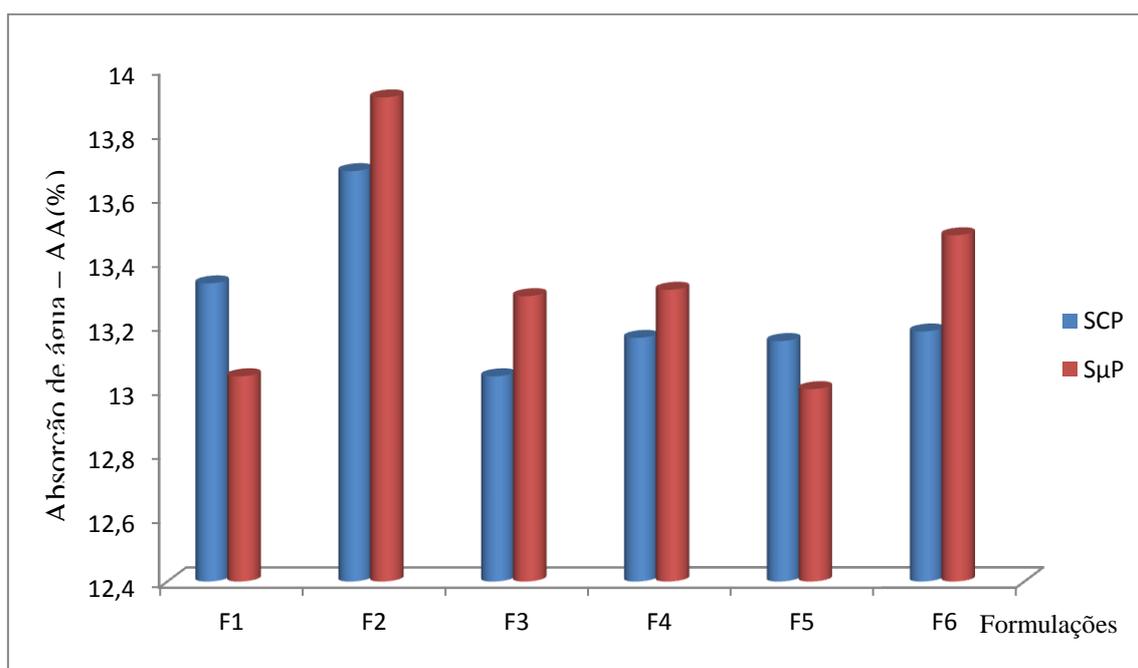
De acordo com quadro resumo das Propriedades Tecnológicas, analisando o Módulo de resistência mecânica das formulações em estudo, de uma maneira geral, nos corpos conformados por prensagem e sinterizados em forno convencional, verificou-se um aumento considerável na tensão de ruptura, com a elevação da temperatura, isto se deve a presença de fundentes quando na sinterização ocupam os espaços vazios e aumenta a coesão entre os argilominerais da amostra, dando a mesma uma maior resistência para romper suas ligações químicas intermoleculares. Na sinterização dos mesmos corpos de prova conformados por Prensagem em forno microondas a temperatura de 850°C com patamar de 15minutos e 60 minutos, as propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos como blocos vazados; blocos estruturais e telhas, foram adquiridas e estão bem além do limite exigido pelas especificações das normas da ABNT-NBR 15.270 (2005) e NBR 15.310 (2009).

Tabela 25 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min.

Formulações	SCP	S μ P	SCP	S μ P
Propriedades	AA (%)	AA (%)	TRF (MPa)	TRF(MPa)
Form. F1	13,33 \pm 0,21	13,04 \pm 1,45	3,87 \pm 0,81	9,12 \pm 2,57
Form. F2	13,68 \pm 0,12	13,91 \pm 2,15	5,80 \pm 0,92	6,36 \pm 1,43
Form. F3	13,04 \pm 0,23	13,29 \pm 0,95	7,40 \pm 0,80	8,78 \pm 0,76
Form. F4	13,16 \pm 0,20	13,31 \pm 0,78	4,61 \pm 1,36	8,55 \pm 0,99
Form. F5	13,15 \pm 0,13	13,00 \pm 1,07	5,88 \pm 0,92	9,21 \pm 0,85
Form. F6	13,18 \pm 0,34	13,48 \pm 1,05	7,46 \pm 0,80	7,75 \pm 0,88

De acordo com a Figura 4.36, observa-se que o aumento da temperatura via de regra, leva o material a uma diminuição da absorção de água. No entanto, este comportamento não é generalizado, varia de matéria prima para matéria-prima.

Figura 4.36-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 850 °C com patamar de 15 minutos.



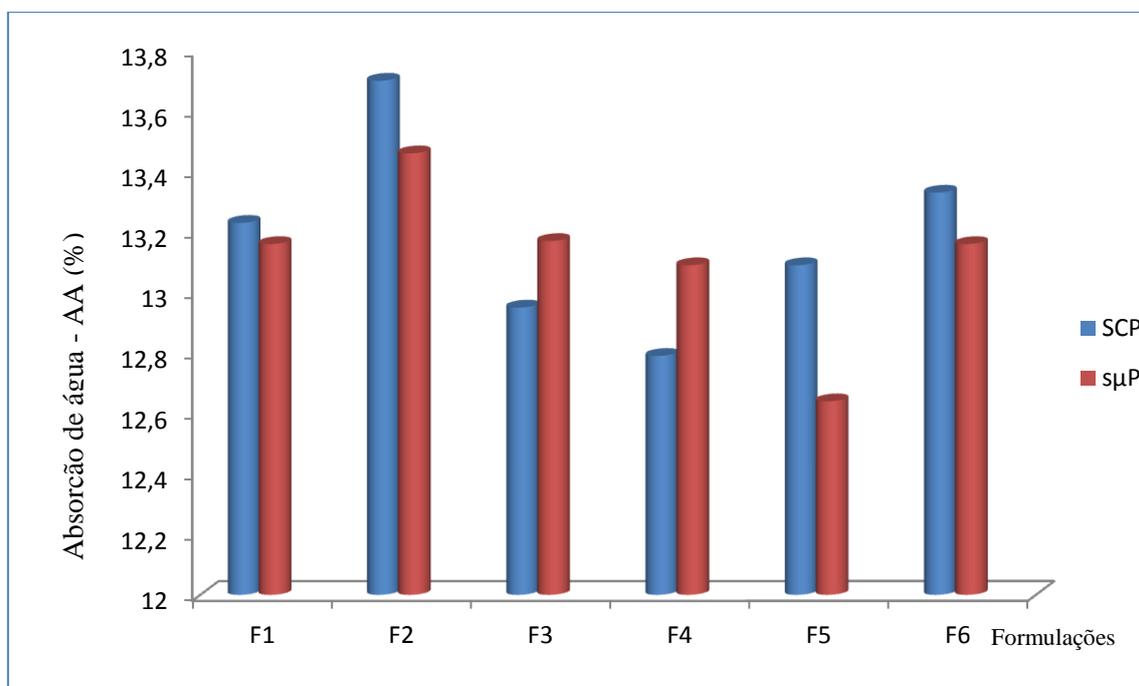
Por exemplo, a formulação F2 sinterizada a 850 °C com patamar de 15 minutos no forno microondas foi a que apresentou a maior absorção de água 13,91% e a Formulação F5 apresentou a menor absorção 13,00%, também sinterizada em forno microondas, tal fato, deve-se a composição mineralógica desta matéria prima, por se tratar matéria prima semi refrataria com mineral do grupo da caulinita.

Parâmetros usados nas especificações de conformidades de componentes de Cerâmica Estrutural de acordo com as Normas NBR 15.270 (2005) e 15.310 (2009) da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT, são mostrados na tabela 26.

Tabela 26 – Parâmetros usados nas especificações dos componentes da cerâmica.

Aplicação	Absorção de água	TRF (Kgf/cm ²)	TRF (MPa)
Tijolo maciço	8% ≤ AA ≤ 22%	≥ 20	≥ 2,0
Bloco cerâmico	8% ≤ AA ≤ 22%	≥ 55	≥ 5,5
Telha	8% ≤ AA ≤ 20%	≥ 65	≥ 6,5

Figura 4.37-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 850 °C com patamar de 60 minutos.

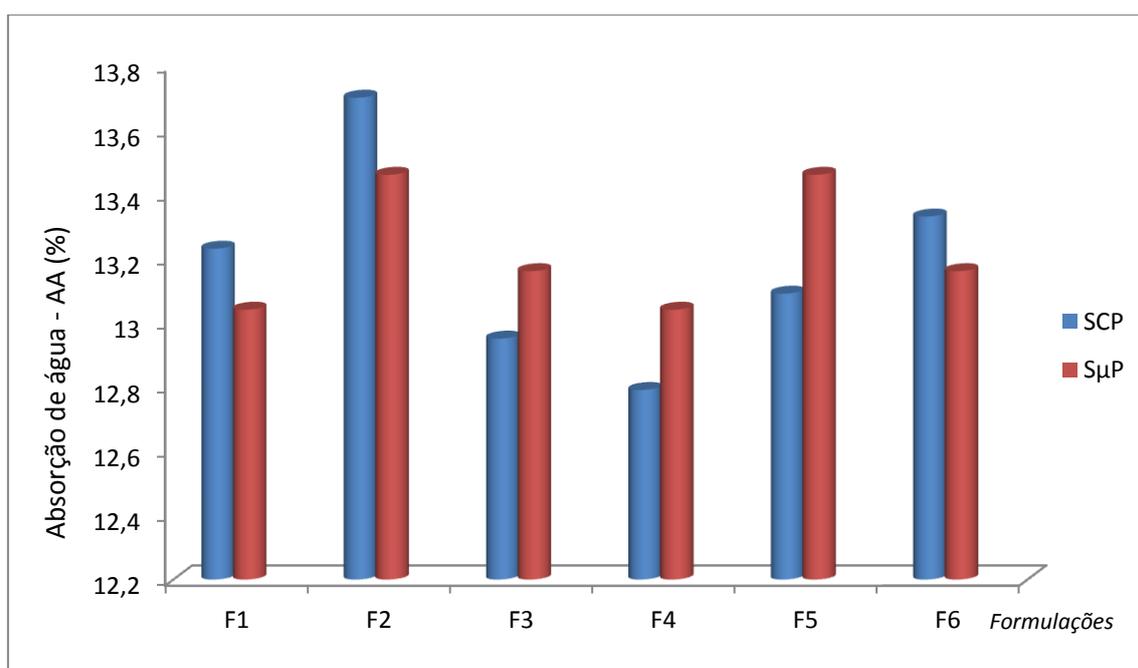


Como a porosidade aparente quantifica a porosidade aberta do material, seu resultado está associado à absorção de água. Pelas Figuras 4.36 e 4.37, observa-se que o comportamento da porosidade aparente (mostrado na seção anterior) é o mesmo da absorção de água, ou seja, o aumento da temperatura proporcionou uma diminuição na porosidade do material.

Tabela 27 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min

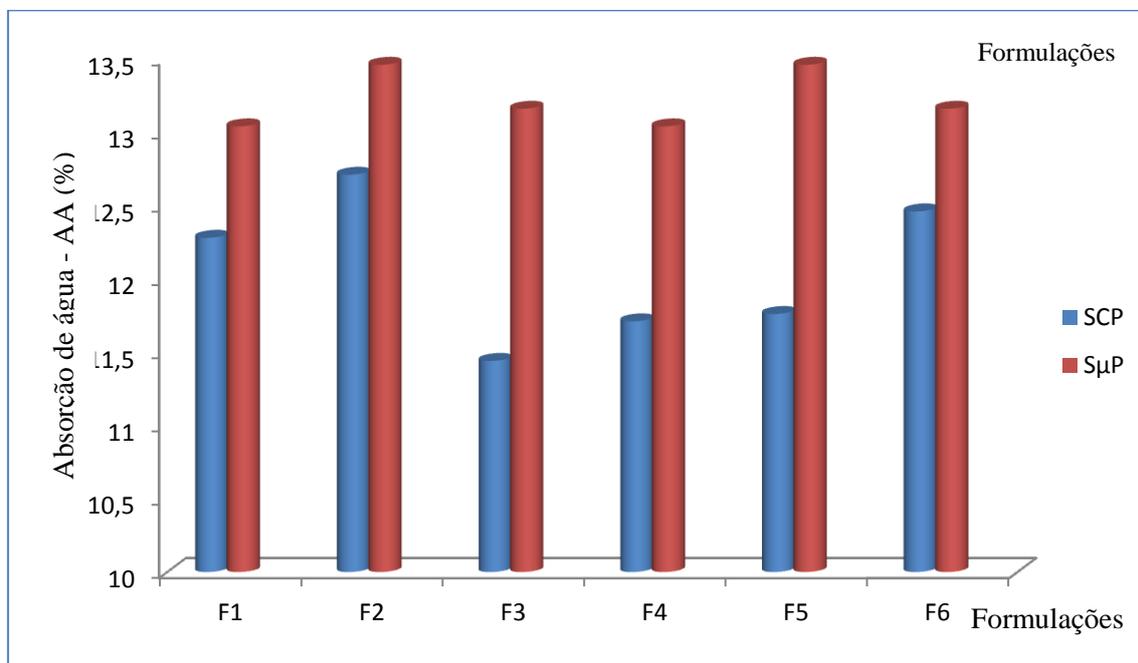
Formulações	SCP	S μ P	SCP	S μ P
Propriedades	AA (%)	AA (%)	TRF (MPa)	TRF(MPa)
Form. F1	13,23 \pm 0,19	13,16 \pm 0,22	4,61 \pm 1,36	8,32 \pm 1,23
Form. F2	13,70 \pm 0,30	13,86 \pm 2,20	5,81 \pm 0,69	9,46 \pm 2,35
Form. F3	12,95 \pm 0,34	13,17 \pm 1,05	8,04 \pm 1,05	8,07 \pm 0,34
Form. F4	12,79 \pm 0,12	13,09 \pm 0,83	6,02 \pm 1,54	10,59 \pm 1,39
Form. F5	13,09 \pm 0,29	12,64 \pm 0,51	5,86 \pm 0,69	9,41 \pm 0,74
Form. F6	13,33 \pm 0,47	13,01 \pm 0,47	8,04 \pm 1,05	7,93 \pm 0,69

Figura 4.38-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 1000 °C com patamar de 15 minutos.



Um corpo qualquer que apresenta poros abertos em sua estrutura, quando está em contato com a água, tende a absorvê-la, porém, quando esse corpo é submetido ao tratamento térmico intenso o processo é inverso, por conta da sinterização ocorrida através das fases líquidas, o que remete a densificação ou união dos grãos do material, proporcionando assim a diminuição da absorção de água. Foi o que aconteceu com as formulações acima em estudo. As propriedades físico-mecânicas de todas as formulações foram adquiridas e estão bem acima dos parâmetros exigidos pelas normas NBR 15.270(2005) e NBR 15.310(2009) da Associação Brasileira de Normas Técnicas-ABNT.

Figura 4.39-Resultados da Absorção de água (AA) das Formulações sinterizadas a 1000°C com patamar de 60 minutos.

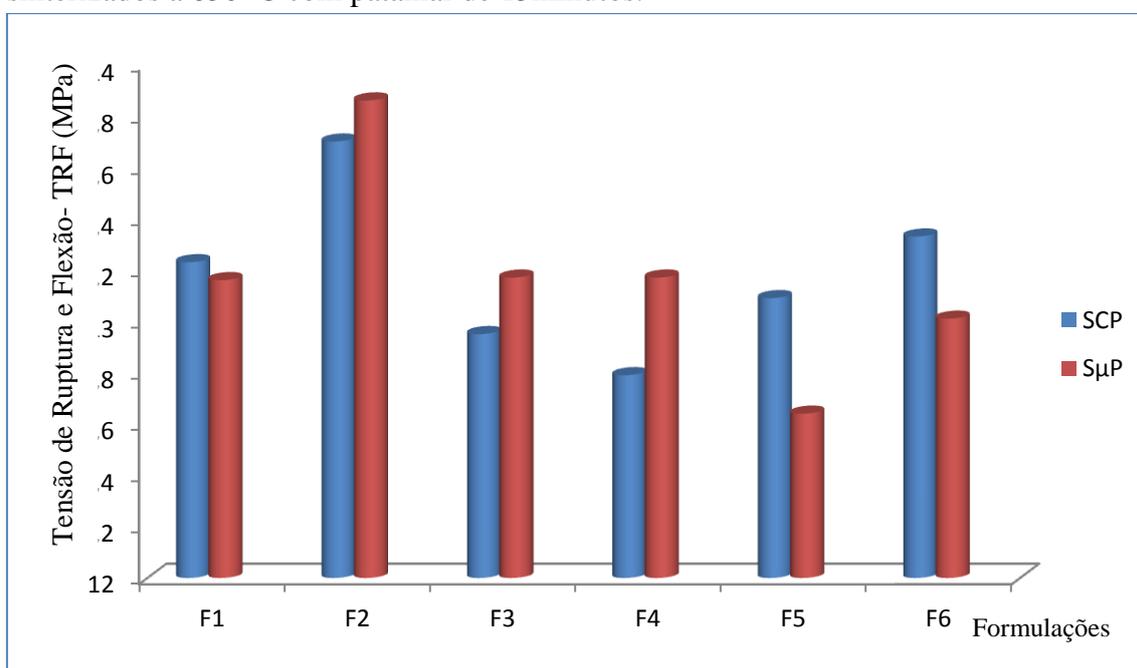


De acordo com a Tabela 28, percebe-se que os melhores valores de absorção de água, foi contemplados nas formulações sinterizadas em forno convencional conformado por extrusão, em seguida foram as formulações conformadas por prensagem e sinterizadas em forno convencional e finalmente as formulações prensadas e sinterizadas no forno microondas. A absorção para cada formulação via de regra, diminuem à medida que a temperatura máxima de queima aumenta, isso naturalmente devido ao processamento do empacotamento proporcionado pela fase líquida, provocado pelos fundentes.

Tabela 28 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 1000 °C com patamar de 15min

Formulações	SCP	S μ P	SCP	S μ P
Propriedades	AA (%)	AA (%)	TRF (MPa)	TRF(MPa)
Form. F1	13,23 \pm 0,19	13,04 \pm 0,81	7,20 \pm 1,89	9,79 \pm 2,66
Form. F2	13,70 \pm 0,30	13,46 \pm 2,20	13,16 \pm 0,81	9,66 \pm 2,40
Form. F3	12,95 \pm 0,34	13,16 \pm 1,77	9,06 \pm 0,92	7,88 \pm 0,95
Form. F4	12,79 \pm 0,12	13,04 \pm 0,81	7,0 \pm 1,80	12,24 \pm 2,06
Form. F5	13,09 \pm 0,29	13,46 \pm 2,20	13,10 \pm 0,81	10,68 \pm 2,65
Form. F6	13,33 \pm 0,47	13,16 \pm 1,77	9,06 \pm 0,82	10,96 \pm 2,62

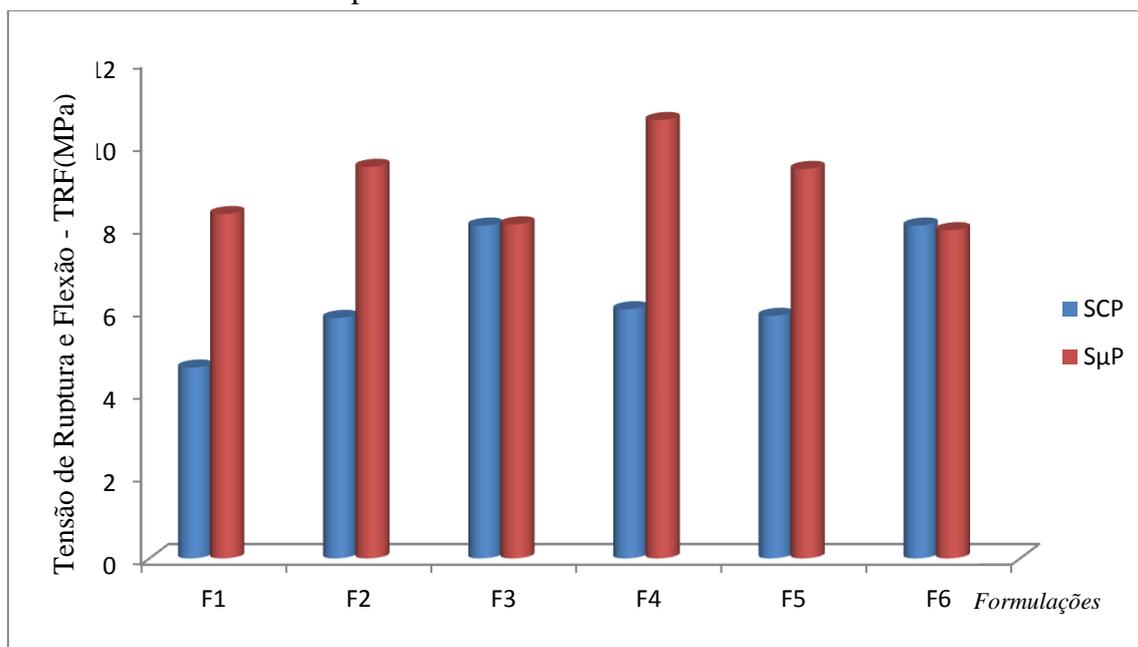
Figura 4.40 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 15 minutos.



De acordo com a Figura 4.40, observa-se que, com o aumento da temperatura de queima, o módulo de resistência mecânica também aumentou excepcionalmente nas Formulações sinterizadas em forno microondas. Esse fato deveu-se ao aumento da massa específica aparente e da diminuição da absorção de água, devido à atuação de

mecanismo de sinterização, com redução da porosidade, permitindo a obtenção de materiais com melhores propriedades mecânicas. No entanto, com relação ao módulo de resistência mecânica, absorção de água e massa específica aparente, não é diretamente proporcional, pois depende das características peculiares da matéria prima e da microestrutura do material.

Figura 4.41 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 60 minutos.



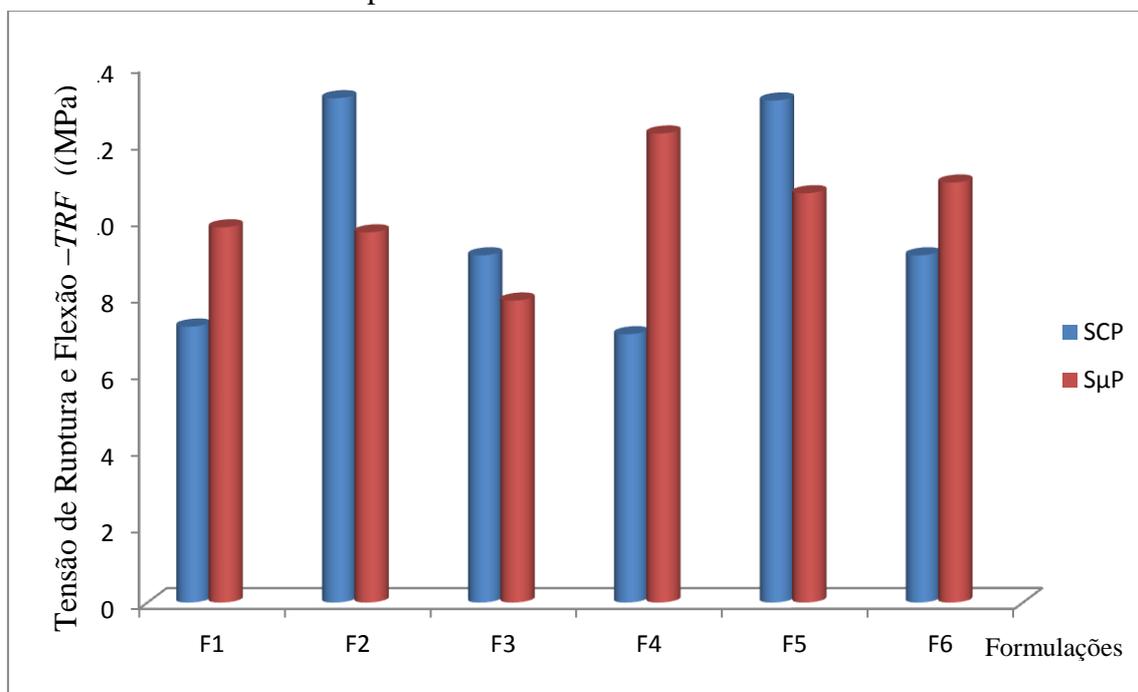
Os valores do módulo de resistência mecânica novamente obtiveram um crescimento maravilhoso, em todas as formulações, sinterizadas em forno microondas em comparação aos corpos sinterizados no forno convencional. Por exemplo, o módulo de resistência mecânica da Formulação F1 sinterizada no forno microondas, quase que dobrou em relação à mesma formulação conformada por prensagem e sinterizada em forno convencional. Aconteceu também com as demais formulações citadas. A explicação está no processamento térmico convencional que, ocorre, inicialmente, o aquecimento da superfície do material e só em seguida, através de processos de convecção e condução, a energia térmica é transferida para o interior do corpo cerâmico. Em contraste, a energia de microondas é transformada em calor diretamente dentro do material através da interação das moléculas e átomos com o campo eletromagnético, o que possibilita o aquecimento interno e volumétrico do material, provocando a formação de gradientes de temperaturas e fluxos de calor invertidos,

comparativamente ao processo de aquecimento convencional (KIMINAMI, MENESES).

Tabela 29 - Resultados TRF(MPa) dos CP's Sinterizados a 1000 °C com patamar de 60min

Formulações	SCP	S μ P	SCP	S μ P
Propriedades	AA (%)	AA (%)	TRF (MPa)	TRF(MPa)
Form. F1	12,28 \pm 0,50	13,04 \pm 0,21	8,17 \pm 0,76	9,56 \pm 2,60
Form. F2	12,71 \pm 0,41	13,46 \pm 2,00	11,43 \pm 1,62	9,79 \pm 2,66
Form. F3	11,44 \pm 0,20	13,16 \pm 1,70	9,77 \pm 0,85	9,66 \pm 2,40
Form. F4	11,71 \pm 0,09	13,04 \pm 0,81	8,19 \pm 0,75	8,88 \pm 0,95
Form. F5	11,76 \pm 0,20	13,46 \pm 2,22	11,43 \pm 1,62	9,41 \pm 0,74
Form. F6	12,46 \pm 0,56	13,16 \pm 1,75	9,79 \pm 0,80	10,68 \pm 2,62

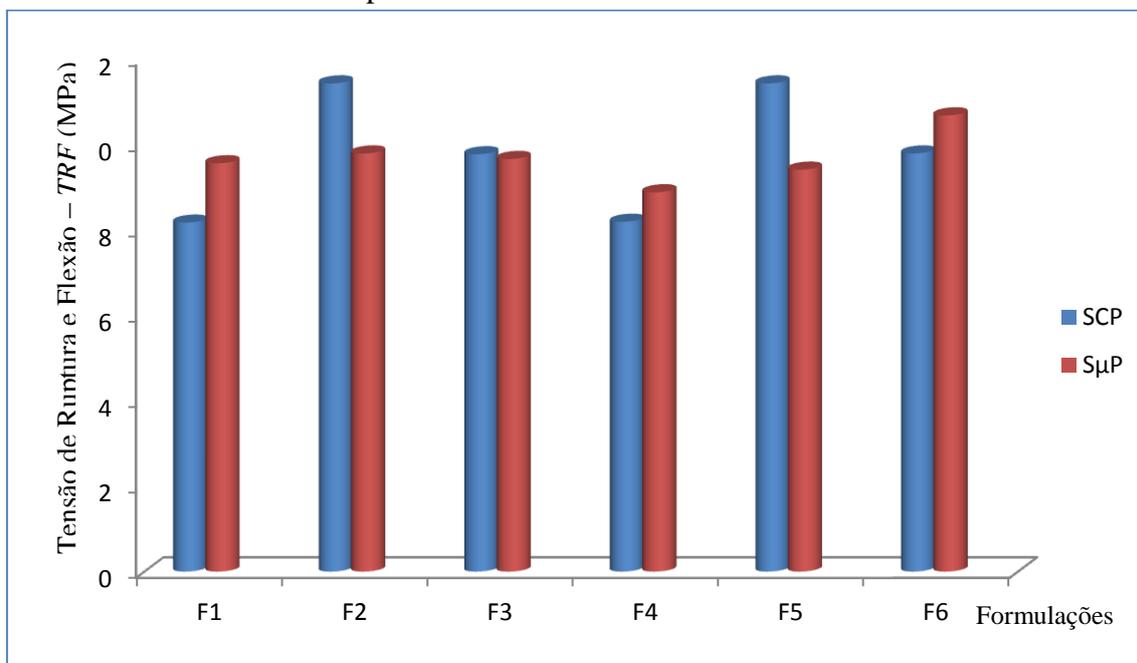
Figura 4.42 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 1000 °C com patamar de 15minutos.



A Tensão de ruptura a flexão é um parâmetro indicativo da resistência mecânica de um produto cerâmico. Ela ainda indica a capacidade da peça suportar esforços exercidos por cargas que possam levar a rupturas, esmagamentos ou quebra. Os valores limites de tensão de ruptura à flexão indicados para uso em cerâmica vermelha no Brasil de acordo as normas NBR 15.270(2005) e NBR 15.310(2009) da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT são: $TRF \geq 2,0$ MPa para tijolo comum; $TRF \geq 5,5$ MPa para blocos vazados e estrutural e $TRF \geq 6,5$ MPa para telha. De acordo com a Figura 50, As propriedades físico-mecânicas de todas as formulações foram adquiridas e estão bem acima dos parâmetros exigidos. Esse fato deveu-se a evolução da massa específica aparente que se torna cristalina, devido a atuação de fundentes, implicando diretamente no aumento do módulo de resistência mecânica e proporcionando uma diminuição da absorção de água. As propriedades sinterizadas no microondas se mostraram superiores as sinterizadas no forno convencional.

De acordo com a figura 4.43, analisando o Módulo de resistência mecânica das formulações em estudo, de uma maneira geral, os corpos sinterizados no forno microondas, obtiveram melhores parâmetros comparados aos sinterizados em forno convencional.

Figura 4.43 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 1000 °C com patamar de 60 minutos.



Verificou-se um aumento na tensão de ruptura, com a elevação da temperatura, isto deve-se a presença de fundentes quando na sinterização ocupam os espaços vazios e aumenta a coesão entre os argilominerais da amostra, dando a mesma, uma maior resistência para romper suas ligações químicas intermoleculares..

Na sinterização de materiais cerâmicos o uso de microondas permite redução no tempo de processamento, economia de energia e melhora na uniformidade microestrutural dos corpos cerâmicos. Como consequência das vantagens frente às técnicas de aquecimentos convencionais, a sinterização usando (KIMINAMI, MENESES).

Resumo das Propriedades Tecnológicas (PT) das Formulações Extrudadas sinterizadas em Forno Convencional e Microondas.

No texto que segue são mostradas as propriedades tecnológicas das formulações extrudadas após sinterização em forno microondas e forno convencional.

Nas Tabelas 30 e 31 são apresentados os resultados da absorção de água (AA%), porosidade aparente (PA) e tensão de ruptura a flexão (TRF) das formulações F1, F4, F5 e F6 em estudo, na temperatura de queima de 850 °C patamares de 15 minutos e 60 minutos, respectivamente, sinterizados em forno convencional (SCE) e microondas (S μ E). As figuras 4.44 e 4.45 ilustram graficamente o comportamento de absorção de água das amostras. Considerando que a absorção de água está associada à porosidade aberta do material, observa-se que o aumento da temperatura ocasionou uma diminuição da absorção de água, devido ao fechamento dos poros, evidenciado pela interação dos fundentes, formando fases líquidas, provocando assim, uma maior cristalização e densificação do material, fenômeno este explicado pelo processo de sinterização do material.

Tabela 30 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min.

Formulações	SCE	S μ E	SCE	S μ E	SCE	S μ E
Propriedades	AA (%)	AA (%)	PA (%)	PA (%)	TRF (MPa)	TRF(MPa)
Formulação F1	11,82 \pm 0,46	10,51 \pm 1,22	21,73 \pm 0,87	23,46 \pm 2,54	8,13 \pm 4,41	9,59 \pm 1,14
Formulação F4	12,94 \pm 0,14	9,35 \pm 1,91	24,03 \pm 0,32	20,81 \pm 4,06	2,11 \pm 0,33	4,02 \pm 1,14
Formulação F5	12,35 \pm 0,32	9,57 \pm 1,03	22,76 \pm 0,67	21,07 \pm 2,29	6,56 \pm 2,23	7,72 \pm 1,51
Formulação F6	11,99 \pm 0,11	9,93 \pm 1,33	21,79 \pm 0,20	21,87 \pm 2,78	8,67 \pm 0,01	10,60 \pm 1,16

Figura 4.44 – Resultados da absorção de água (AA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.

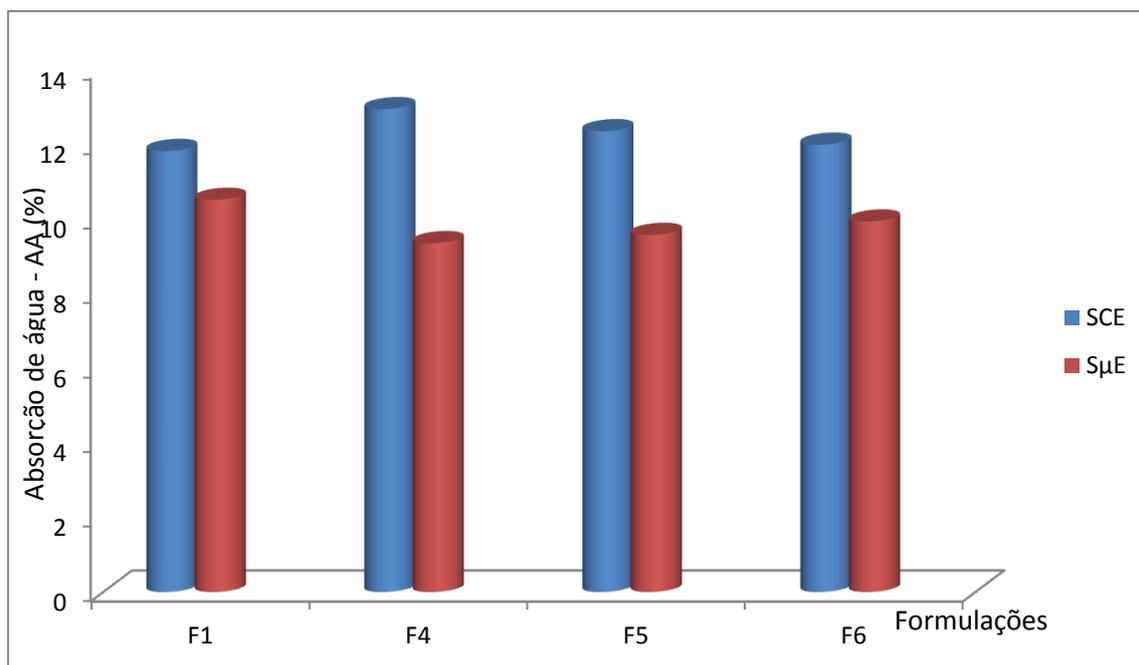
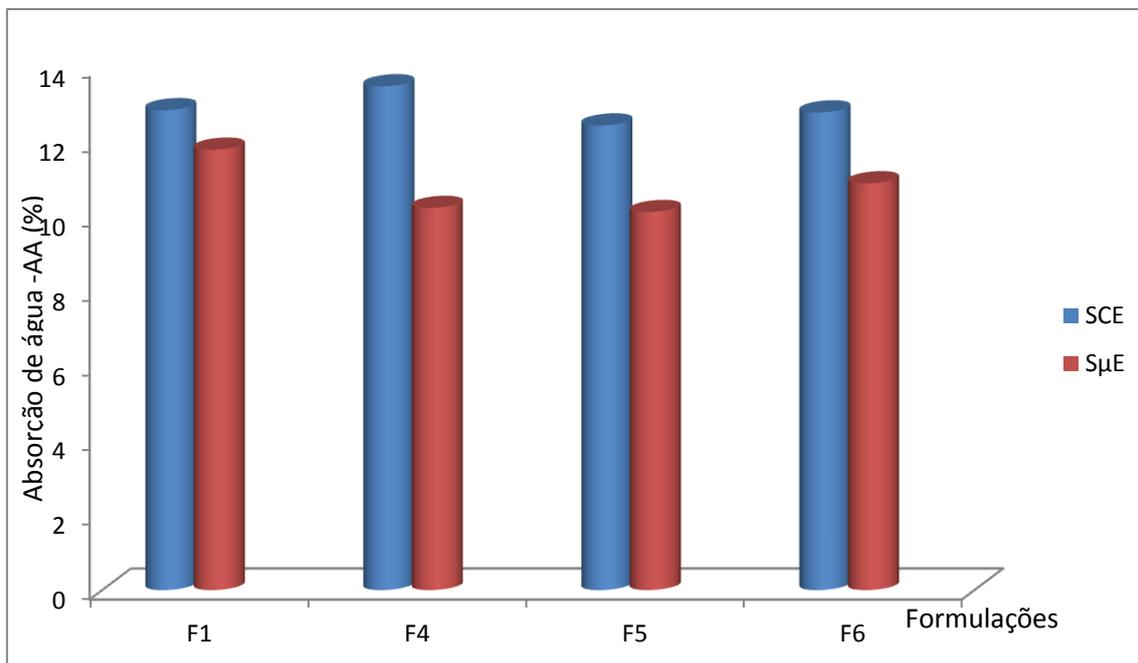


Tabela 31 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min.

Formulações	SCE	SμE	SCE	SμE	SCE	SμE
Propriedades	AA (%)	AA (%)	PA (%)	PA (%)	TRF(MPa)	TRF(MPa)
Formulação F1	12,86±0,05	11,80±1,70	23,57±0,15	25,52±3,49	6,64±0,30	12,32±2,38
Formulação F4	13,50±0,19	10,24±3,50	24,87±0,40	19,80±5,58	2,47±0,22	4,69±1,07
Formulação F5	12,45±0,13	10,13±1,36	23,04±0,32	21,89±2,14	7,19±1,08	9,42±1,39
Formulação F6	12,80±0,14	10,90±1,83	23,45±0,29	19,74±3,38	4,64±2,29	7,13±2,73

Figura 4.45 – Resultados da absorção de água (AA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.



Comparando os resultados obtidos das amostras queimadas em forno convencional e microondas, observou-se que as formulações sinterizadas em forno microondas obtiveram melhores resultados, inclusive, com o patamar de 60 minutos, melhorando a absorção de água em até 90% sem comprometer os demais parâmetros exigidos pela Norma. Com relação ao ensaio de absorção de água (AA%), viu-se que as quatro formulações (F1, F4, F5 e F6) utilizadas encontram-se dentro do intervalo exigido para cerâmica vermelha em acordo com a Norma ABNT NBR 15270/2005 e NBR 15310/2009, ou seja, entre 8% e 22% e 8% e 20%, respectivamente.

Nas Tabelas 30 e 31 são apresentados os resultados da porosidade aparente (PA%) e TRF das formulações F1, F4, F5 e F6, em estudo, na temperatura de queima de 850°C e patamares de 15 minutos e 60 minutos, sinterizados nos fornos convencional e microondas, mostrados nas figuras 4.46 a 4.49, que são ilustradas graficamente.

Figura 4.46 – Resultados da porosidade aparente (PA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.

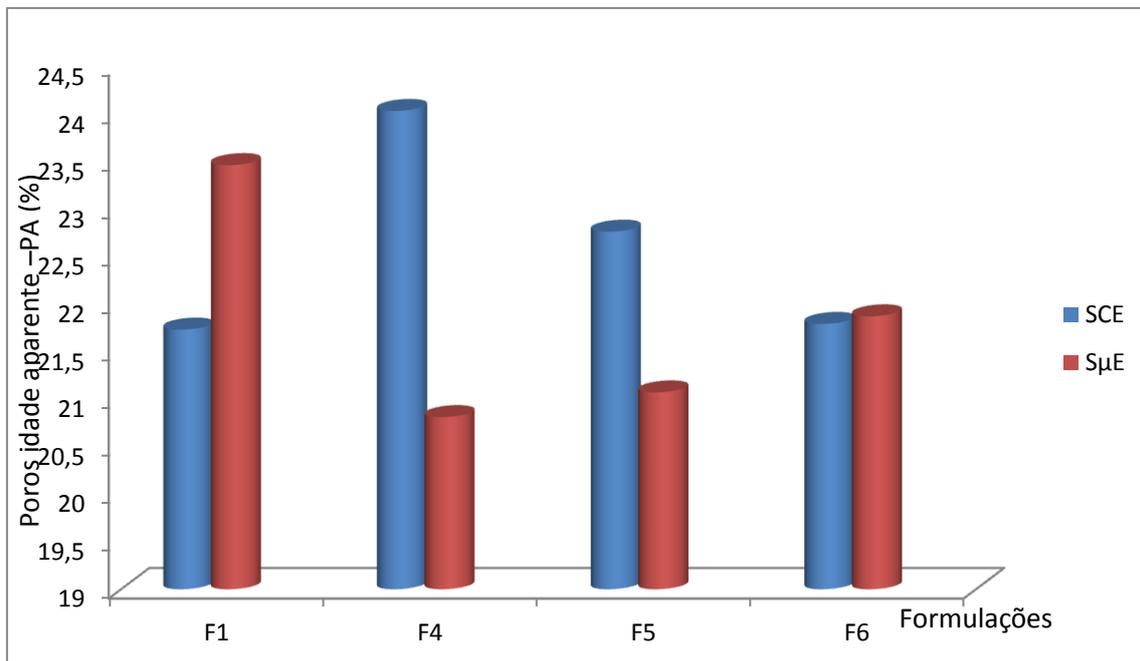
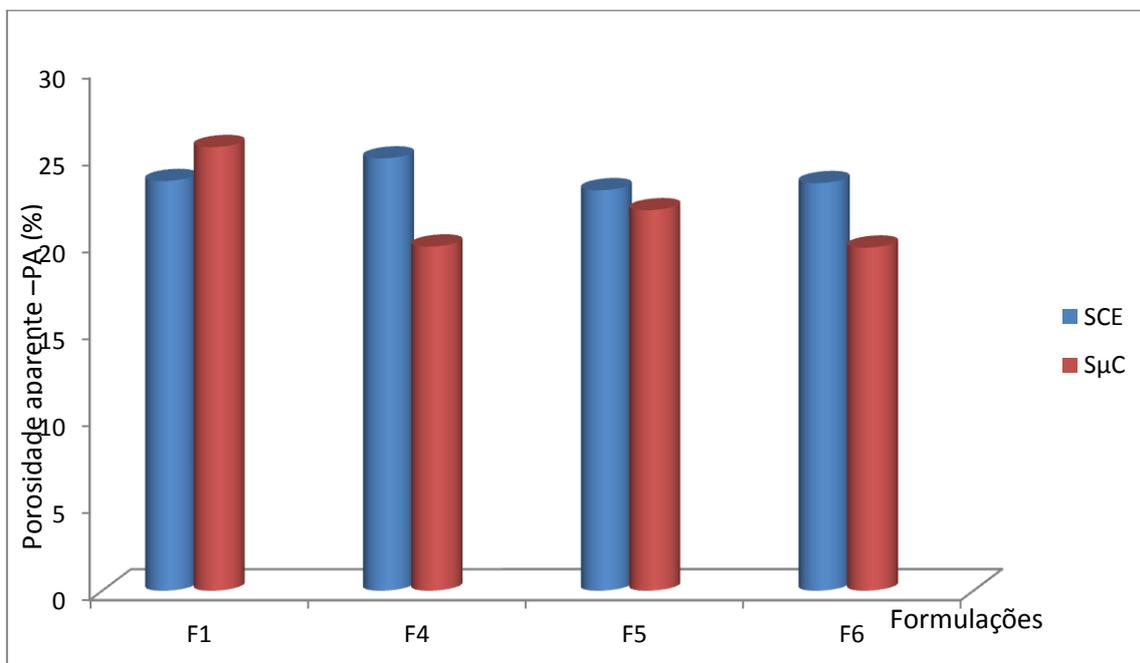


Figura 4.47 – Resultados da porosidade aparente (PA%) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.



De acordo com as Tabelas 30 e 31, anteriormente mostradas, é possível analisar as formulações queimada a temperatura de 850°C com patamar de 15 e 60 minutos,

sinterizadas em forno convencional e microondas. A porosidade aberta do material cerâmico mantém uma relação direta com a capacidade do mesmo em absorver água, fato comprovado pela comparação entre os resultados da porosidade aparente (PA) e absorção de água (AA) obtida neste trabalho. Observa-se que os valores da porosidade aparente (PA) para cada formulação, diminuem quando sinterizados em microondas se comparado com a queima em forno convencional, é possível ver nitidamente nas ilustrações das Figuras 4.46 e 4.47, exceto para a formulação 1. A sinterização em microondas acontece de dentro para fora e por isso o fechamento de poros acontece de forma mais homogênea favorecendo assim a sinterização. De uma maneira geral os resultados observados na diminuição da porosidade em função do aumento da temperatura, é devido ao fechamento dos poros pelos elementos fundentes presentes.

Segundo Pêrsio S. Santos, os valores indicados da porosidade para a utilização de argilas em cerâmica estrutural devem estar dentro do intervalo $30\% \leq PA \leq 40\%$. A porosidade na cerâmica é um fator prejudicial para o desempenho mecânico das mesmas, todavia facilita o processo de secagem e evita aparecimento de defeitos mais comprometedores consequentes de gases formados durante a queima.

Analisando os valores da tensão de ruptura à flexão das formulações cerâmicas e observando a ilustração da figura 4.48, percebe-se nas formulações sinterizadas na temperatura de 850°C com patamar de 15 minutos em forno convencional, que a resistência variou de 2,11 MPa a 8,67 MPa, enquanto as sinterizadas em forno microondas variou de 4,02 MPa a 10,60 MPa, elevando o módulo de resistência mecânica em até mais de 100% sem comprometer os demais parâmetros exigidos pela Norma. Já os sinterizados na temperatura de 850°C com patamar de 60 minutos, como pode ser visto na figura 4.49, em forno convencional variou de 2,47 MPa a 7,19 MPa, enquanto as sinterizadas em forno microondas variou de 4,69 MPa a 12,32 MPa, mais uma vez elevando o módulo de resistência mecânica sem comprometer os demais parâmetros exigidos pelas normas. A tensão de ruptura à flexão é um parâmetro indicativo da resistência mecânica de um produto cerâmico e indica a capacidade da peça suportar esforços exigidos por cargas que possam levar a rupturas, esmagamentos ou quebra. Os valores limites de tensão de ruptura à flexão indicados para uso em cerâmica vermelha no Brasil são: TRF $\geq 1,5$ MPa para tijolos, TRF $\geq 5,5$ MPa para blocos de vedação e estrutural e TRF $\geq 6,5$ MPa para telhas. Os resultados mostram (Tabela 30 e 31) que todos os componentes cerâmicos estudados, apresentaram valores de tensão de ruptura a flexão, na temperatura de queima de 850°C e patamares de 15

minutos e 60 minutos, utilizados em cerâmica estrutural e que alguns estão bem além dos limites indicados pelas normas NBR 15270/2005 e 15310/2009 da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT. Assim, para uma economia de energia o patamar de 15min foi suficiente para obter valores favoráveis para as formulações 1, 5 e 6. Como os valores de PA não foram bons para a formulações 1, as formulações 5 e 6 foram as que obtiveram o melhor conjunto de propriedades quando sinterizadas em forno microondas e desta forma é uma formulação dentro dos padrões para ser usada como cerâmica estrutural.

Figura 4.48 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 15 minutos.

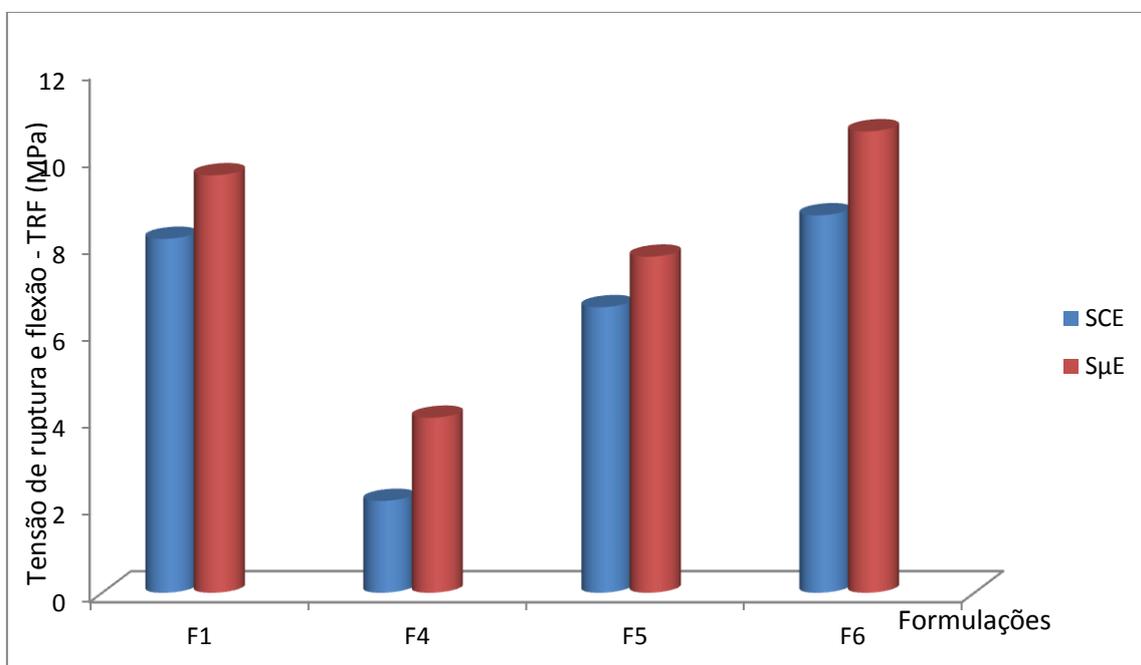
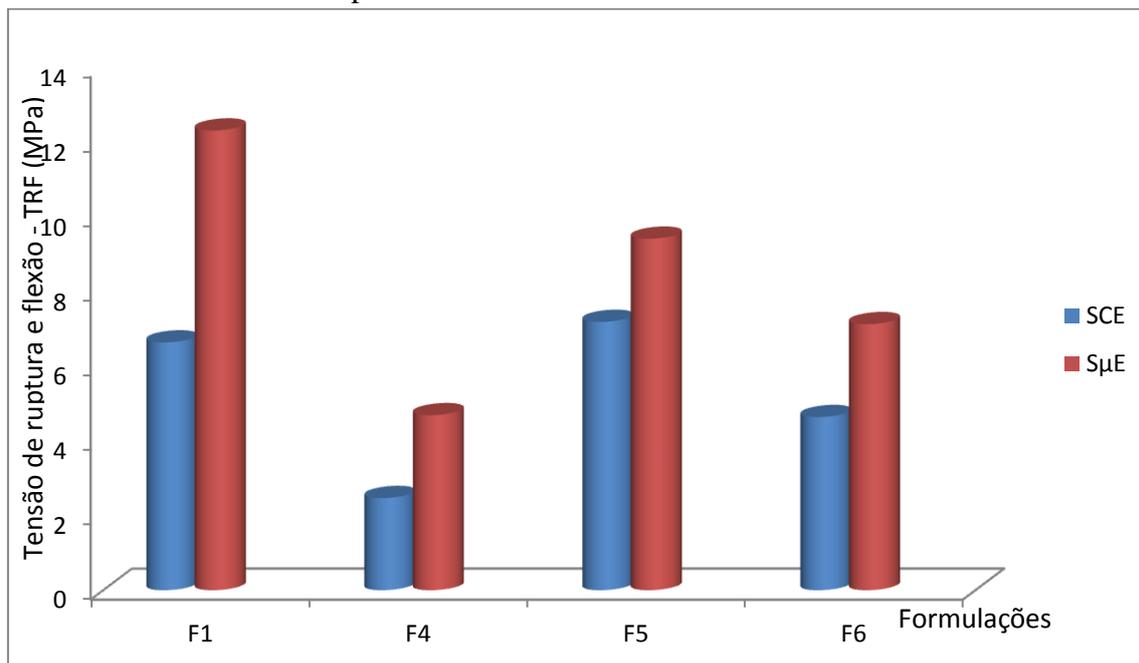


Figura 4.49 - Resultados do módulo de resistência mecânica (TRF) das Formulações sinterizados a 850 °C com patamar de 60 minutos.



A seguir são mostrados os valores de massa específica aparente e retração linear das amostras queimadas em forno microondas e em forno convencional a temperatura de 850 °C com patamar variando entre 15 e 60 min. nas tabelas 32 e 33.

Os dados são ilustrados na forma de gráfico nas figuras 4.50 a 4.53.

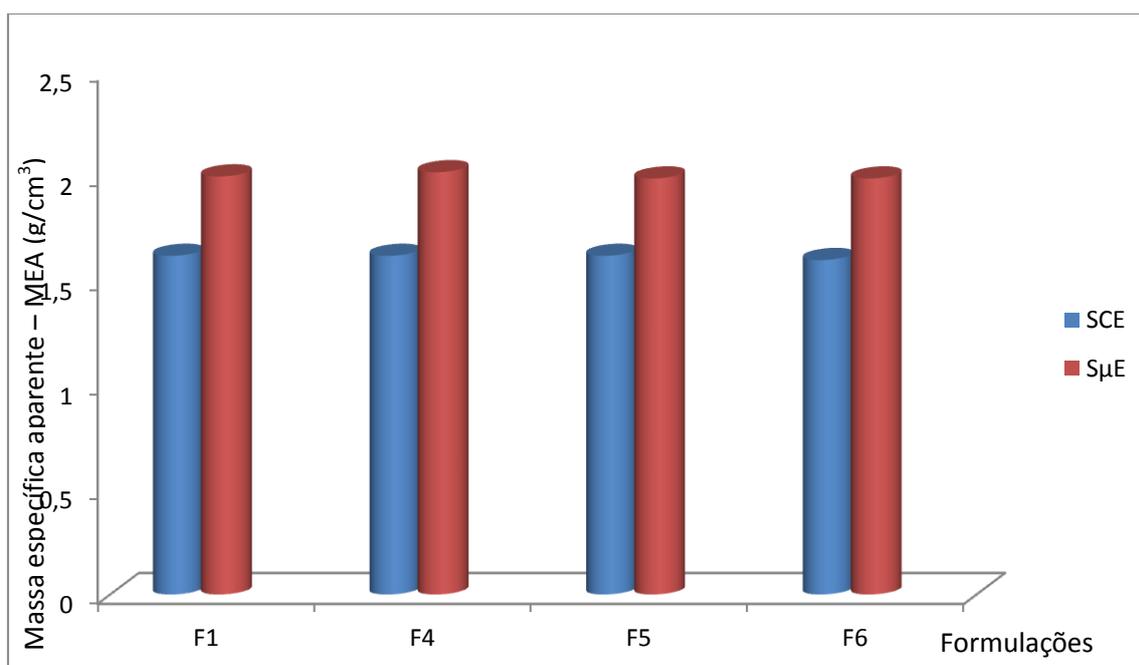
A massa específica aparente (MEA), das formulações na temperatura de queima de 850°C com patamar de 15 minutos, variou entre 1,60 a 1,62 g/cm³ e 1,99 a 2,02 g/cm³ sinterizadas em forno convencional e microondas, respectivamente. As formulações processadas em microondas obtiveram um melhor incremento em seus parâmetros, devido naturalmente ao preenchimento dos poros do material utilizado por elementos fundentes presentes que se distribuíram melhor devido a sinterização acontecer de forma uniforme. A absorção volumétrica aproximadamente uniforme de energia permite elevadas taxas de aquecimento, mas, no entanto, não garante uma distribuição uniforme de temperatura durante o aquecimento dependendo do material, em virtude das perdas térmicas nas superfícies fazerem com que o exterior torne-se mais frio que a região interior, por isso no início da queima foi utilizado uma taxa lenta e somente em seguida foi atingindo a velocidade de aquecimento desejada garantindo assim a obtenção desses valores desejados: aumento da massa específica das amostras. E ainda a MEA está de acordo com os parâmetros indicados por Santos, P.S. (massa

específica aparente entre 1,7 e 2,1 g.cm³) para a utilização de argilas em cerâmica vermelha.

Tabela 32 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 15min.

Formulações	SCE	S μ E	SCE	S μ E
Propriedades	MEA (g/cm ³)	MEA (g/cm ³)	RL (%)	RL (%)
Formulação F1	1,62±0,01	2,00±0,04	1,10±0,41	1,30±0,40
Formulação F4	1,62±0,01	2,02±0,07	0,21±0,16	1,09±0,13
Formulação F5	1,62±0,00	1,99±0,02	1,20±0,28	0,36±0,03
Formulação F6	1,60±0,01	1,99±0,04	1,00±0,24	1,00±0,16

Figura 4.50 – Resultados da massa específica aparente (MEA g/m³) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.

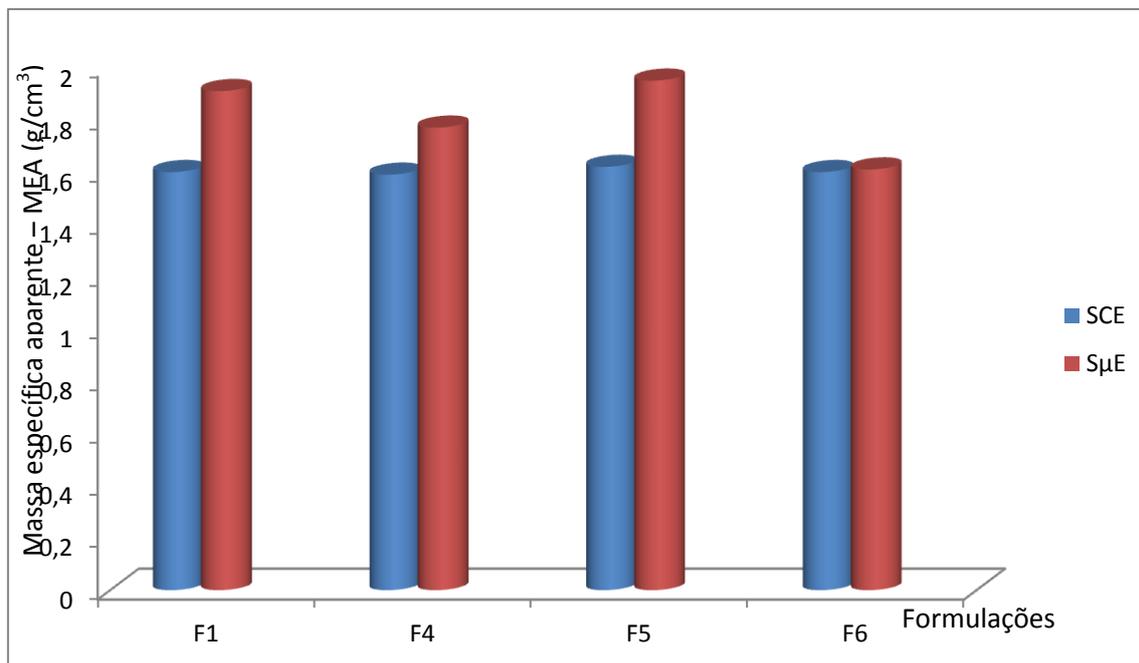


Analisando a massa específica aparente (MEA), das formulações na temperatura de queima de 850°C com patamar de 60 minutos, variou entre 1,59 a 1,62 g/cm³ e 1,61 a 1,95 g/cm³ sinterizadas em forno convencional e microondas, respectivamente. Percebeu-se que as formulações processadas em microondas obtiveram melhores resultados em seus parâmetros semelhante ao patamar de 15 min. Segundo Santos, P.S, a MEA, para a utilização em cerâmica vermelha os valores de massa específica aparente devem estar entre 1,7 e 2,1 g.cm³.

Tabela 33 - Resultados obtidos dos CP's Sinterizados a 850 °C com patamar de 60min.

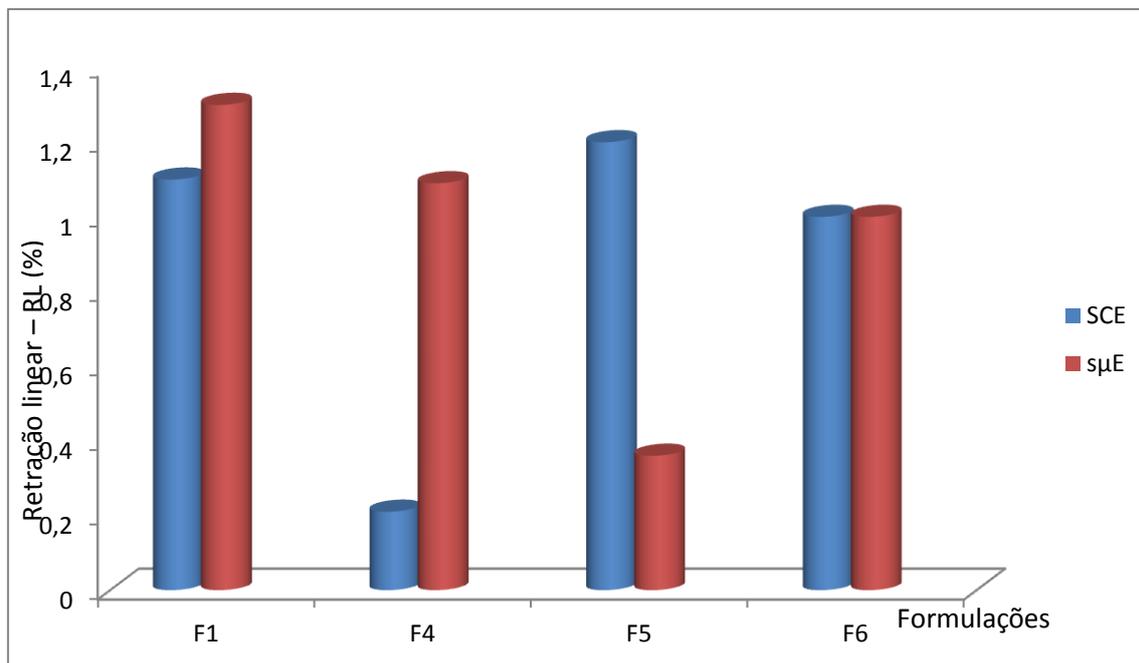
Formulações	SCE	SμE	SCE	SμE
Propriedades	MEA (g/cm ³)	MEA (g/cm ³)	RL (%)	RL (%)
Formulação F1	1,60±0,00	1,91±0,07	1,29±0,38	1,00±0,28
Formulação F4	1,59±0,00	1,77±0,22	1,72±0,37	1,30±0,16
Formulação F5	1,62±0,01	1,95±0,10	2,16±0,68	1,77±0,24
Formulação F6	1,60±0,01	1,61±0,04	1,82±0,45	1,62±0,36

Figura 4.51 – Resultados da massa específica aparente (MEA g/m^3) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.



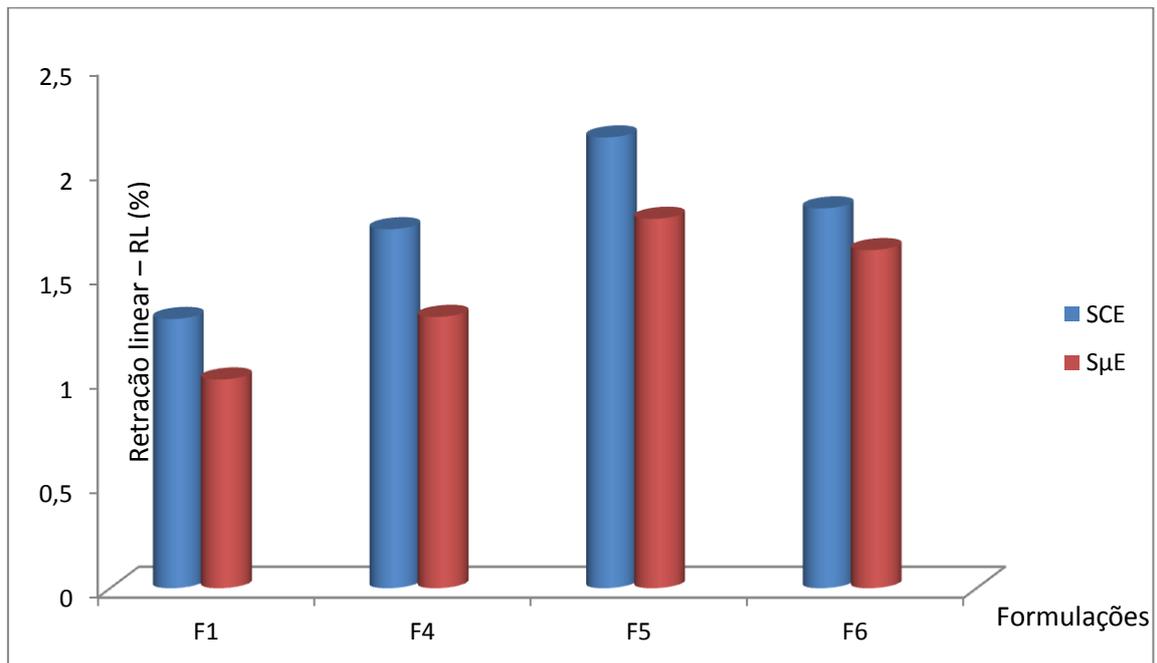
A seguir, as figuras 4.52 e 4.53 mostrando as variações de retração linear. Após uma análise dos resultados obtidos através da relação entre as medidas dos corpos-de-prova secos e úmidos, observa-se que em todas as amostras estudadas a retração linear de queima de 850°C e patamar de 15 minutos, ficou na faixa de 4,31% e 7,52%, ou seja, na formulação F1 estes percentuais variaram entre 6,09% e 7,52%, na formulação F2 entre 4,75% e 6,69%, na formulação F3 entre 4,50% e 6,34% e na formulação F4 a variação se deu entre 4,31% e 6,06% sinterizadas em forno convencional e microondas respectivamente.

Figura 4.52 – Resultados da retração linear (RL %) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 15 minutos.



A retração linear de queima depende fundamentalmente da densidade aparente da peça extrusada, da composição da massa e das condições de queima. Analisando as retrações lineares das Formulações F1, F4, F5 e F6, levando em consideração a temperatura de sinterização, constata-se que a 850°C com patamar de 15 minutos em forno convencional variou de 0,21% a 1,20% e as sinterizadas no forno microondas variaram de 0,36% a 1,30%. Já com o patamar de 60 minutos houve variação 1,29% a 2,16% no forno convencional e de 1,00% a 1,77% no forno microondas. Essas reduções foram provocadas pela liberação de gases no processo de sinterização, sem apresentar alterações relevantes, conforme percentuais médios ilustrado no gráfico da Figuras (52 e 53). Segundo Santos, P.S, a retração linear (RL), para a utilização em cerâmica vermelha ($RL \leq 8$). Portanto, todos os valores estão em conformidade com a norma. O conhecimento da variação dimensional ocasionado pelo processo de sinterização é fundamental para a adequação e padronização dimensional dos produtos cerâmicos.

Figura 4.53 – Resultados da retração linear (RL %) das Formulações sinterizadas a 850°C com patamar de 60 minutos.



Difratograma de raios-X das formulações sinterizadas em forno convencional

As figuras 4.54 a 4.55 ilustram as fases ocorridas nos difratogramas de raios x das formulações em estudo, as mesmas apresentaram reflexões características do composto de ferro (FeO_2), na versão hematita, responsável pela coloração avermelhada dos componentes cerâmicos. Observou-se, também, que o mineral quartzo, elemento mais abundante na crosta terrestre, usado para reduzir a plasticidade, aumentar a permeabilidade da peça e controlar a retração linear, é a fase predominante em todas as composições avaliadas, e, por fim o feldspato potássico apresentou-se como microclínio (KAlSi_3O_8) responsável por promover fase líquida em uma temperatura mais baixa. A partir da figura 4.54 são mostrados os drxs das amostras sinterizadas em forno convencional, enquanto a partir da figura 4.60 são mostrados os resultados dos drxs obtidos para as amostras sinterizadas em microondas.

Figura 4.54 – Resultados dos DRX da Formulação 1 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.

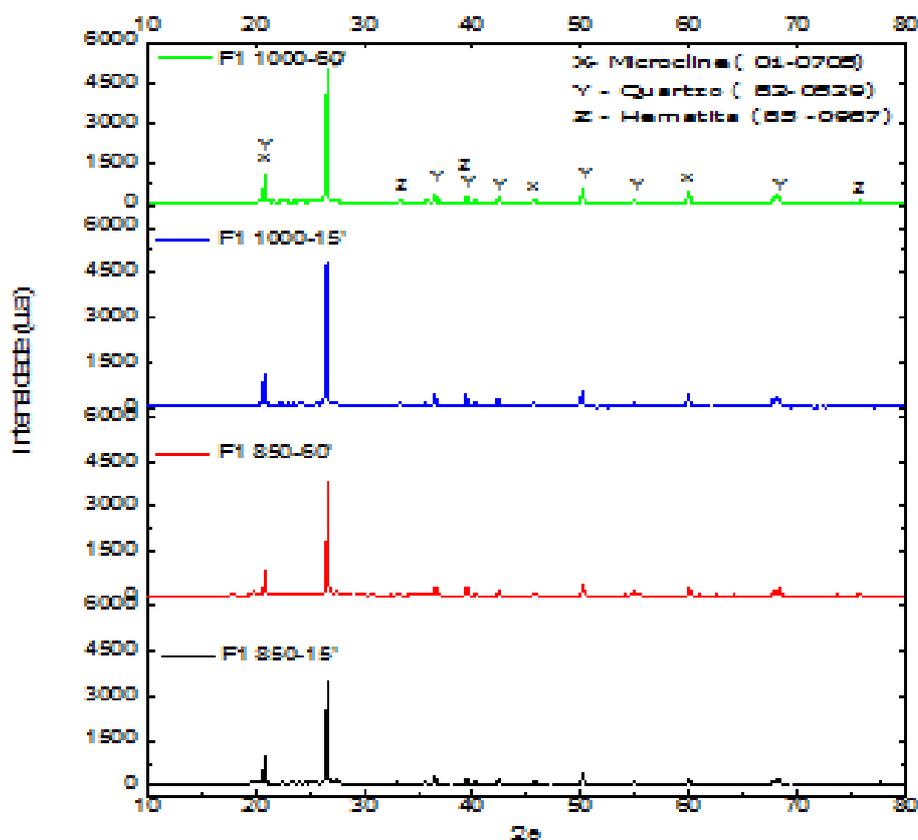


Figura 4.55 – Resultados dos DRX da Formulação 2 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.

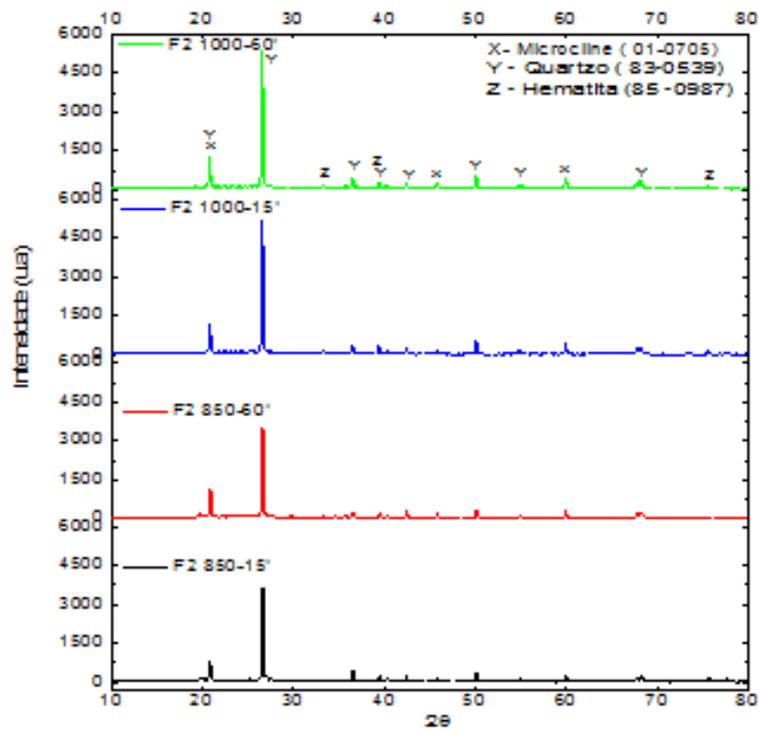


Figura 4.56 – Resultados dos DRX da Formulação 3 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.

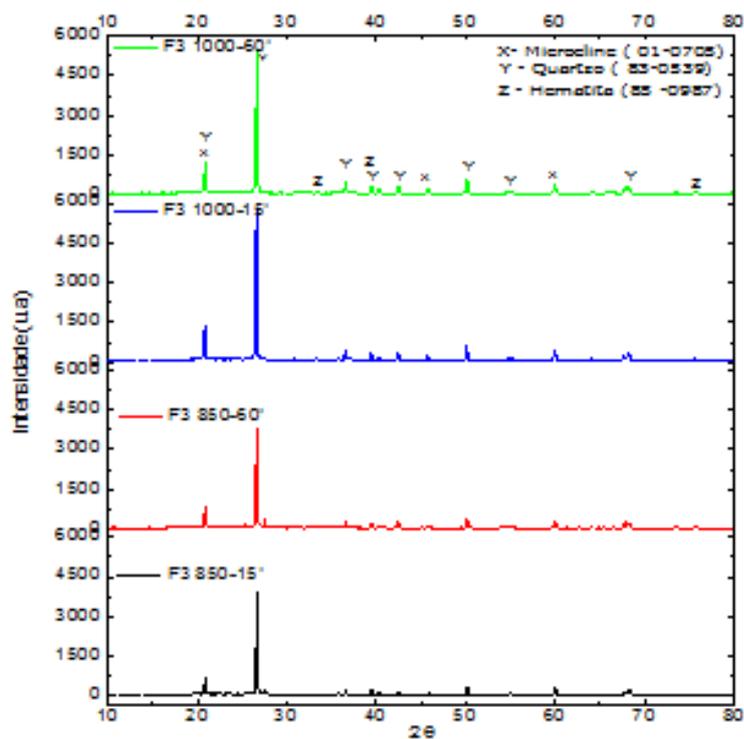


Figura 4.57 – Resultados dos DRX da Formulação 4 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.

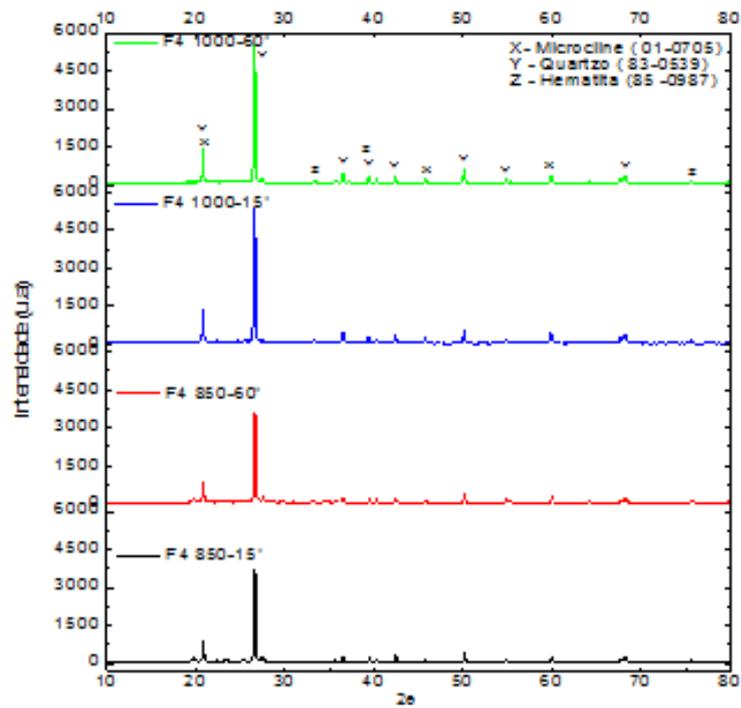


Figura 4.58 – Resultados dos DRX da Formulação 5 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.

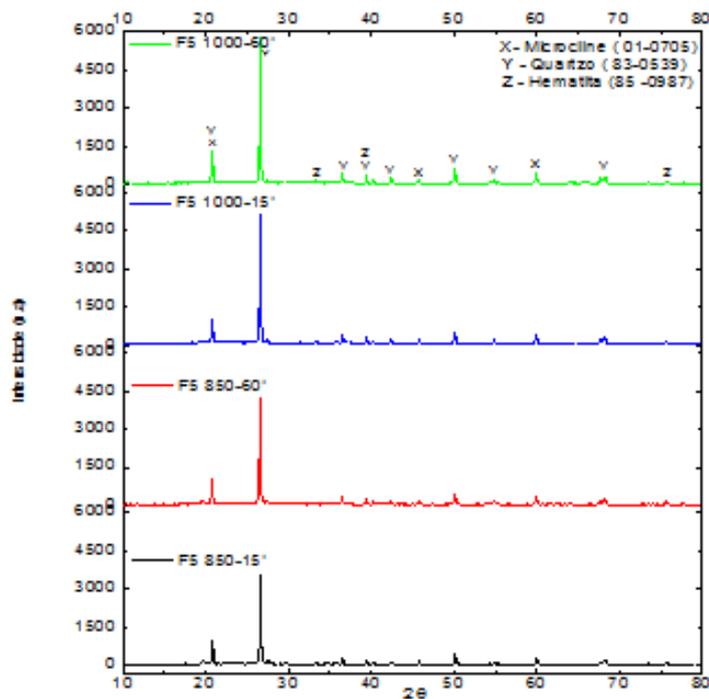
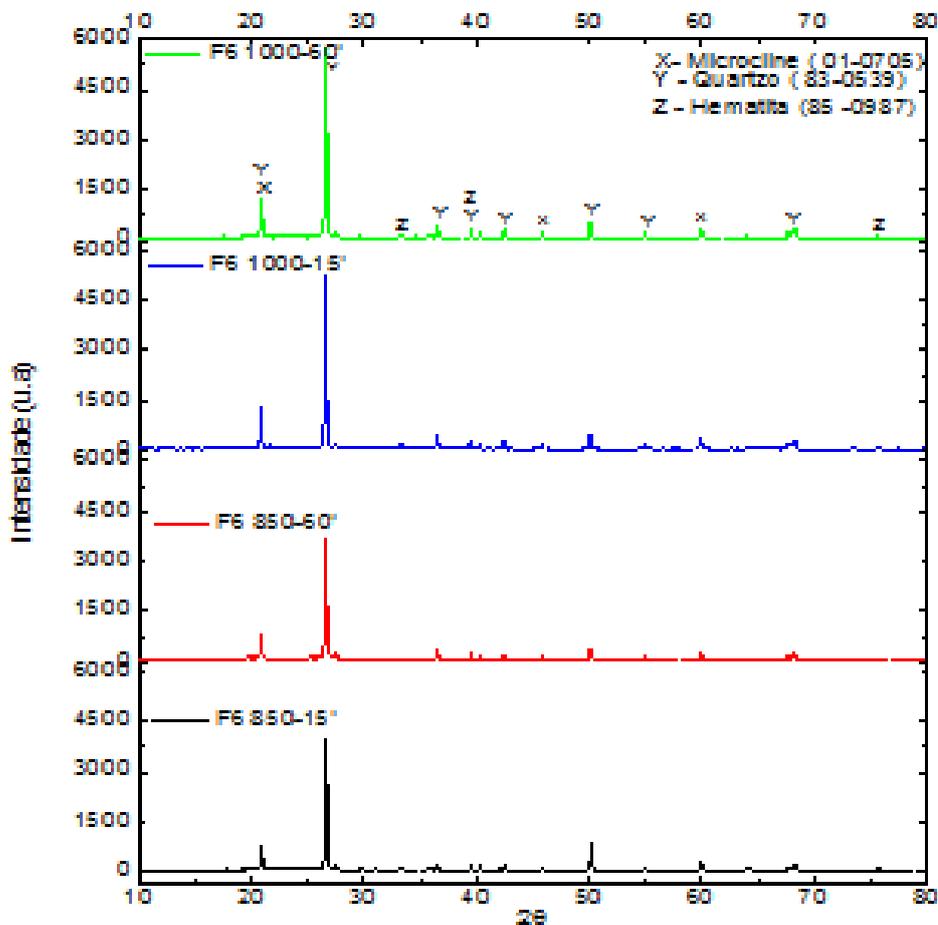


Figura 4.59 – Resultados dos DRX da Formulação 6 Sinterizada em Forno convencional com patamares de 15 minutos e 60 minutos.



De acordo com as imagens das figuras 4.54 a 4.59, as fases ocorridas nos difratogramas de raios x das formulações em estudo, são apresentadas reflexões características do mineral quartzo, elemento esse predominante em todas as Formulações do nosso trabalho. É possível também vislumbrar o composto de ferro (FeO_2), na versão hematita, que juntamente com o óxido de silício, em determinada proporção, são responsável pela coloração avermelhada dos produtos de cerâmica vermelha.

Difratograma de raios-X das formulações sinterizadas em forno microondas

As figuras 4.60 a 4.65 ilustram as fases dos difratogramas de raios X das formulações estudadas. A análise dos difratogramas indica que a composição mineralógica é semelhante ao sinterizado em forno convencional, sendo dominado por minerais de argila e quartzo, este último predominante, para todas as amostras, elemento mais abundante na crosta terrestre, usado para diminuir a plasticidade, aumentar a permeabilidade da peça a verde e controlar a retração. Sendo seus picos apresentados de forma bem definida.

As fases mostradas nos difratogramas de raios x das formulações em estudo, são ilustradas nas Figuras 4.60 a 4.65, onde são apresentadas picos característicos do mineral quartzo, que é estável a temperatura ambiente, porém, no forno microondas ocorre uma transformação de fase por volta de 850 °C. Transformação característica do mineral na forma tridimita, que provavelmente, tenha forçado a quebra ou arranjo cristalino do mineral. Este foi um elemento predominante em todas as formulações do nosso trabalho. É possível também visualizar reflexões do composto do ferro (FeO_2), na versão hematita, que juntamente com óxido de alumínio (Al_2O_3) são responsável pela coloração avermelhada dos produtos de cerâmica vermelha.

Figura 4.60 – Resultados dos DRX da Formulação 1(FA) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15minutos e 60 minutos.

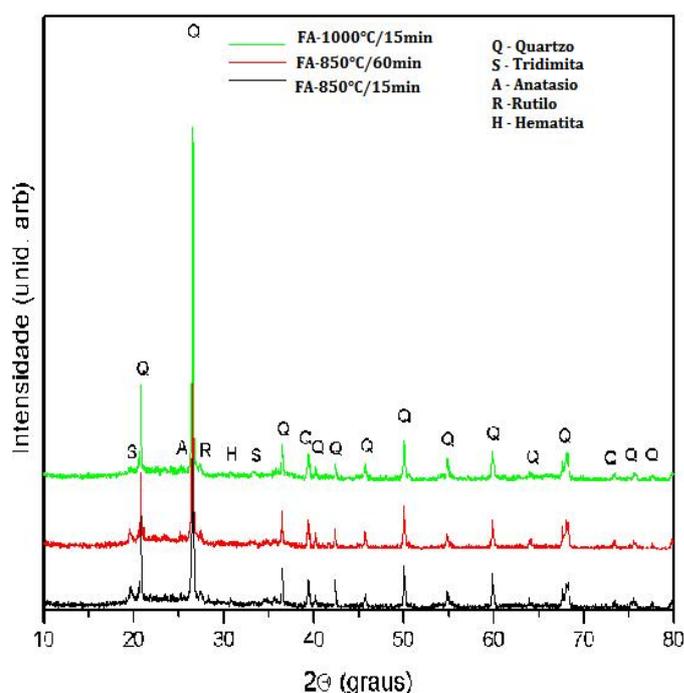


Figura 4.61 – Resultados dos DRX da Formulação 2(FB) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.

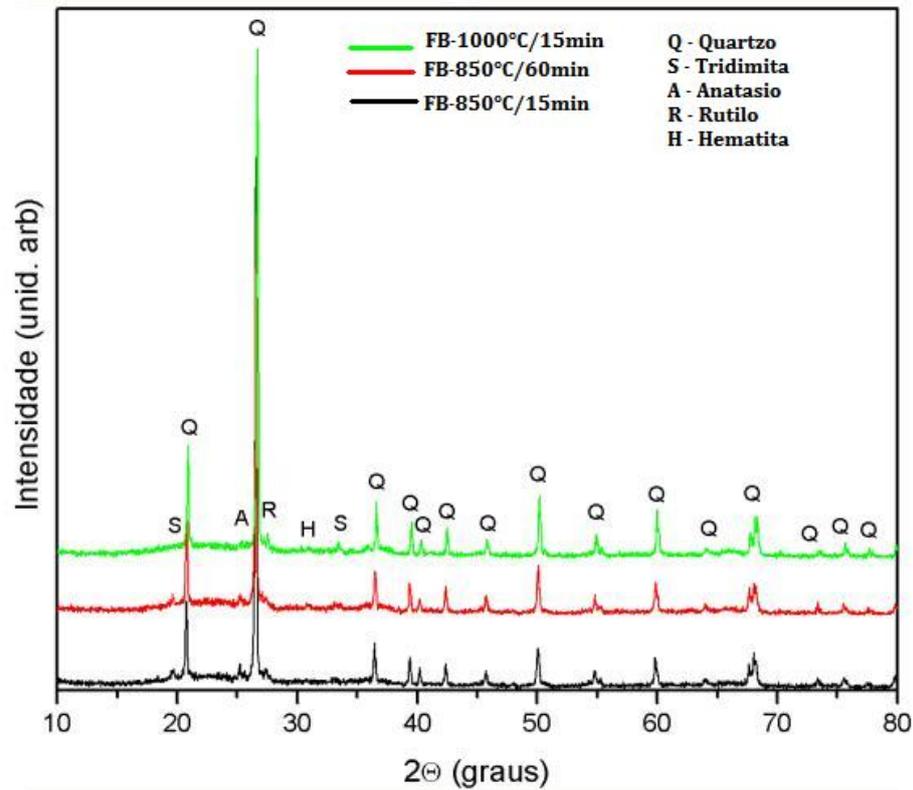


Figura 4.62 – Resultados dos DRX da Formulação 3 (FC) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.

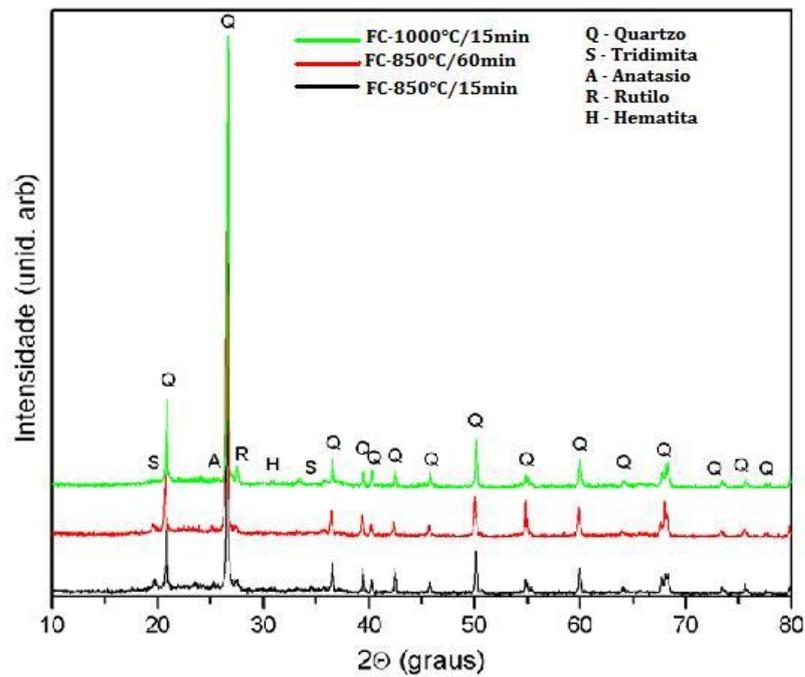


Figura 4.63 – Resultados dos DRX da Formulação 4 (FD) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.

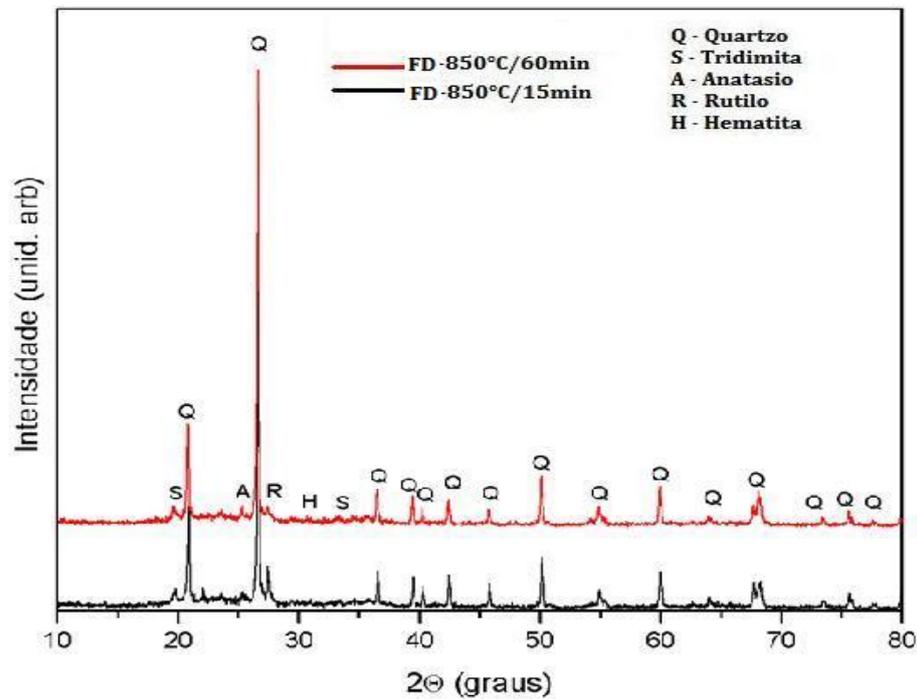


Figura 4.64 – Resultados dos DRX da Formulação 5 (FE) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.

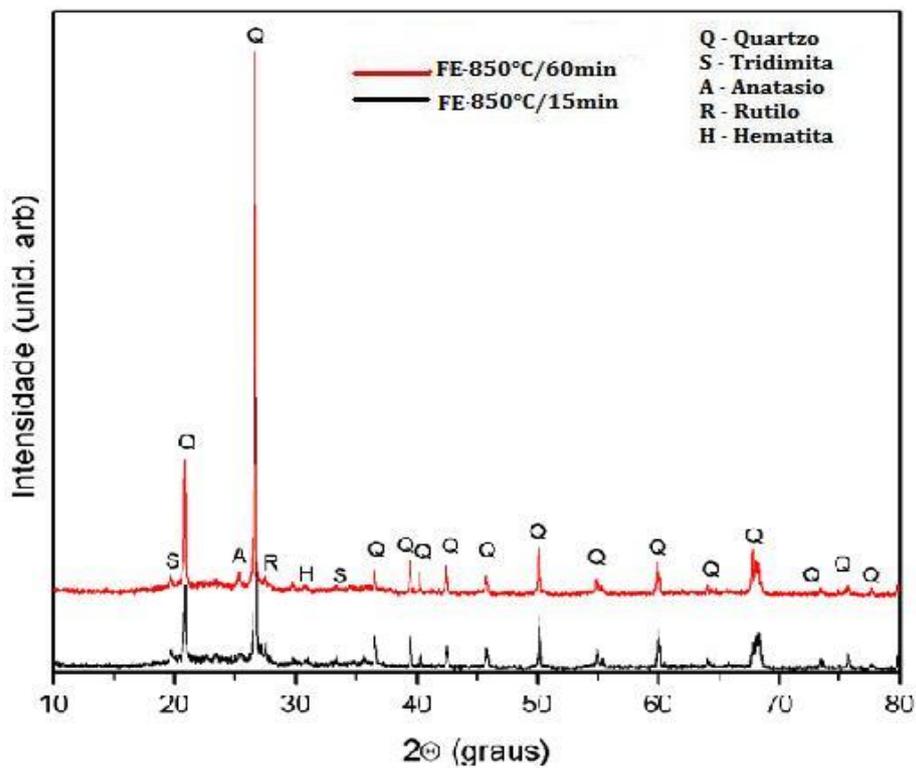
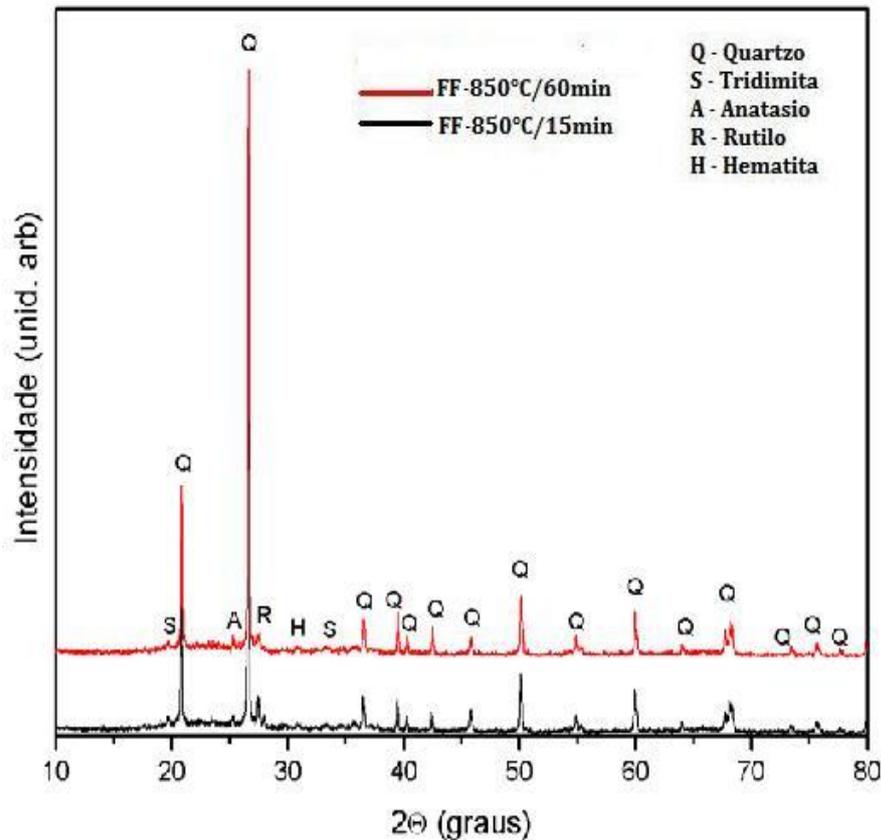


Figura 4.65 – Resultados dos DRX da Formulação 6 (FF) Sinterizada em Forno microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos.

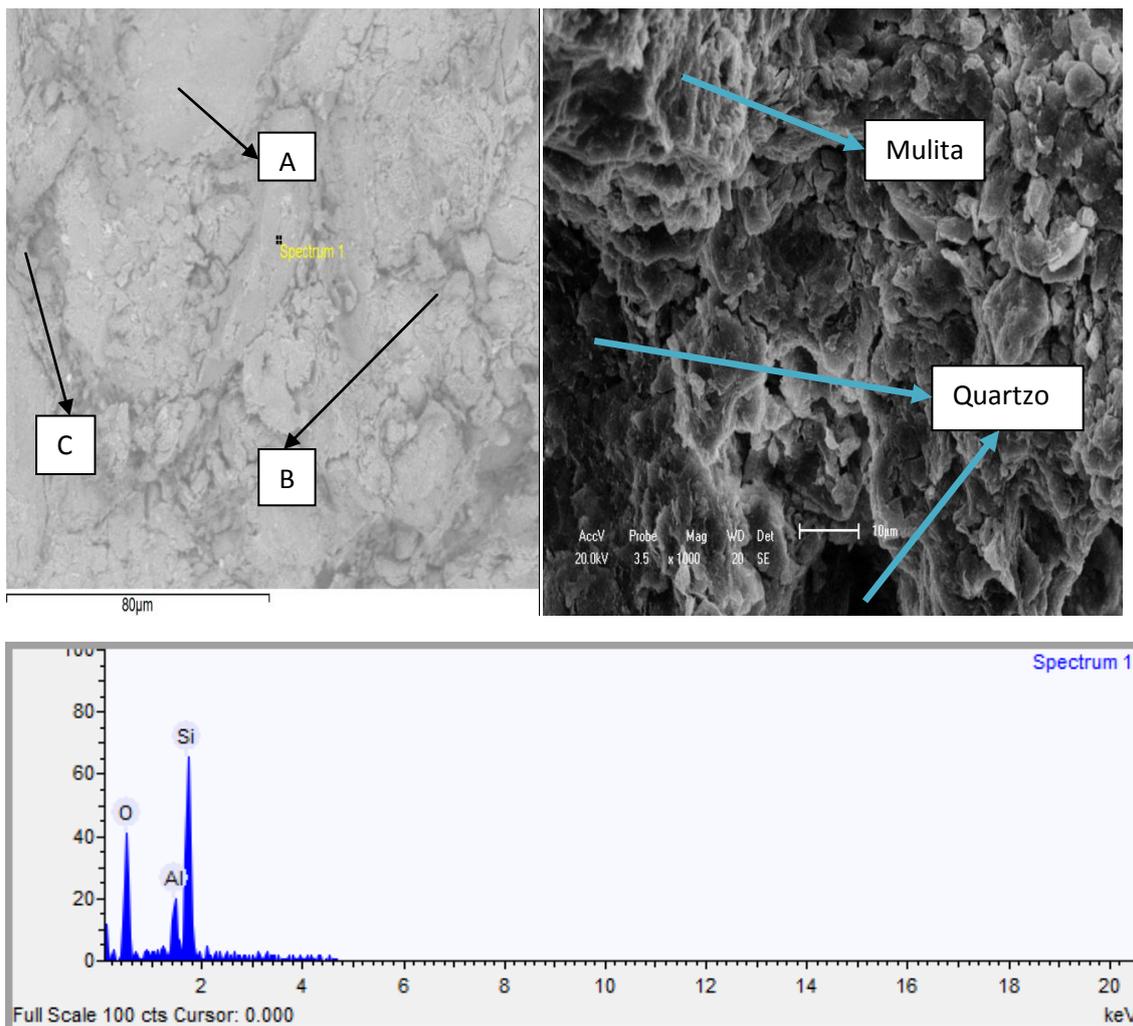


Ainda apresentam o quartzo na forma β nas Formulações sinterizados em forno convencional, enquanto que as sinterizadas no microondas ocorre uma transformações de fase por volta de 850 °C característicos do mineral na forma de tridimita, provavelmente, tenha forçado a quebra ou arranjo cristalino do mineral, convertendo-se de uma fase para a outra. Isso justificado pela penetração da radiação microondas no material que modifica as ligações interatômicas que formam o quartzo. Devido a frequência de microondas e ao comprimento de onda característico dessa radiação a estrutura do quartzo modificou de quartzo β para tridimita baixando o ponto de fusão dessas fases, ou seja, o efeito de microondas forçou o surgimento de uma fase.

Análises microestrutural da superfície de fratura

As imagens a seguir, ilustram as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), das superfícies de fratura. Essas micrografias são referentes às Formulações conformadas por prensagem, sinterizadas em forno convencional (SCP) e microondas (S μ P) nas temperaturas de 850 °C e 1000 °C, com patamar de 15 minutos. Somente as amostras sinterizadas no forno convencional foram atacadas com (2% HF), na intenção de proporcionar uma melhor visualização da microestrutura do material. Durante a realização das microscopias foram feitas análises de EDS para determinação dos elementos predominantes no material. Após as micrografias são mostradas algumas análises de EDS, como forma de ilustrar os elementos determinados.

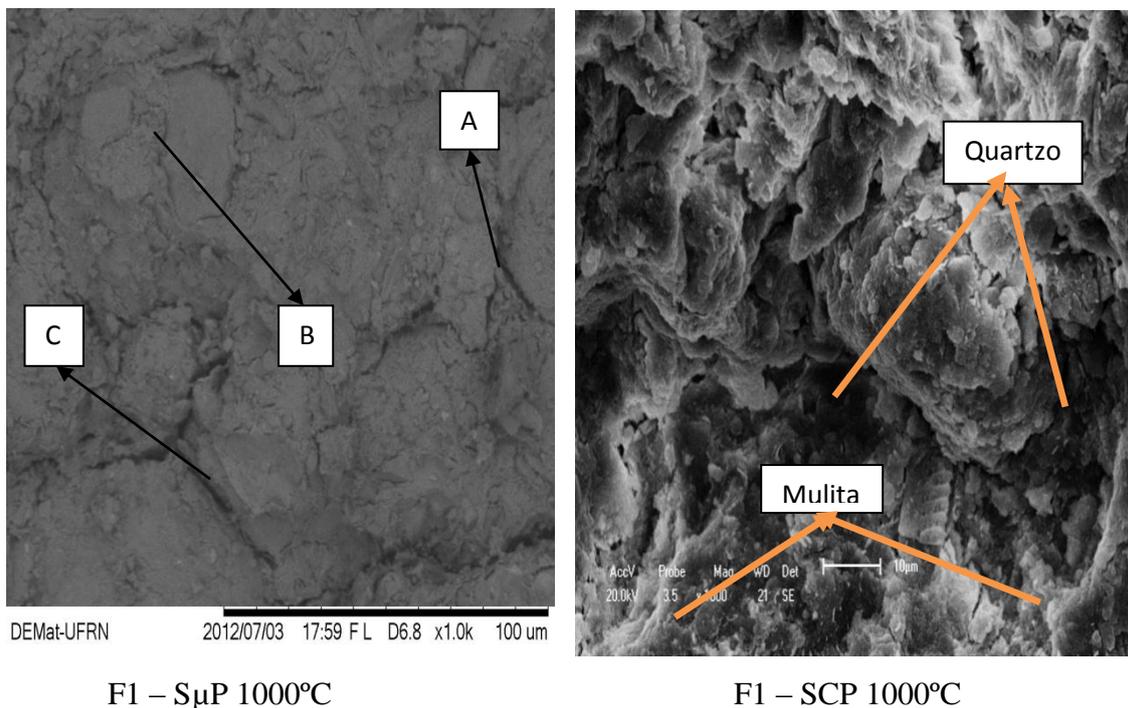
Figura 4.66 – Micrografia da superfície de fratura da formulação 1 conformada por prensagem e sinterizada a 850 °C (patamar: 15 min.) em forno microondas (esquerda) e em forno convencional (direita).

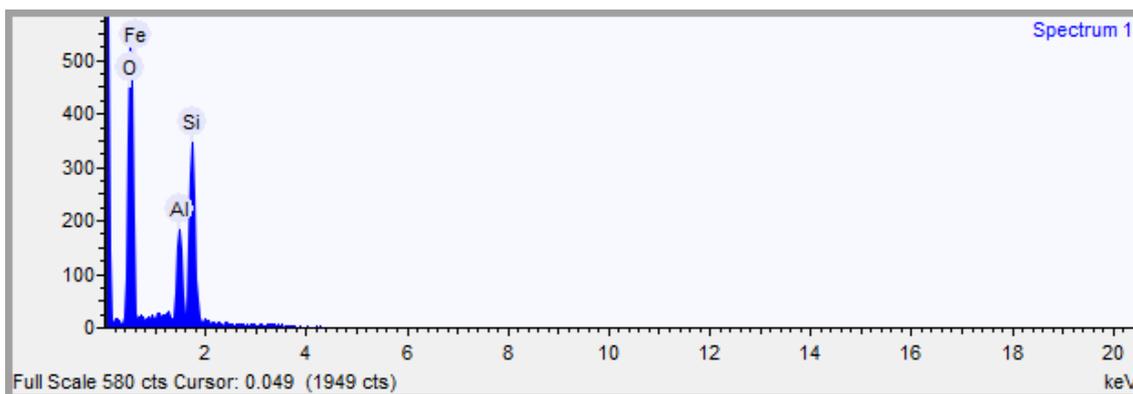


Analisando a Figura 4.66, observa-se a matriz da Formulação F1, sinterizada a temperatura de 850 °C e patamar de 15 minutos, onde foram definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). O ponto A, de acordo com o resultado obtido por (EDS) constata-se a presença de grãos de quartzo de tamanho heterogêneo, envolvidos por uma matriz de pequenos cristais, que pode ser observado nitidamente na micrografia. No ponto B, observa-se a presença do Al_2O_3 . O ponto C apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al e O.

Já na Formulação F1, sinterizada no forno convencional com o mesmo patamar, os resultados mostraram que a microestrutura nesta temperatura, é caracterizada por uma formação de cristais aciculares de mulita secundária e grãos de quartzo de tamanho heterogêneo. Neste caso, as formações de mulita secundária estão sempre associadas a uma formação massiva de cristais de mulita primária derivada de andalusita.

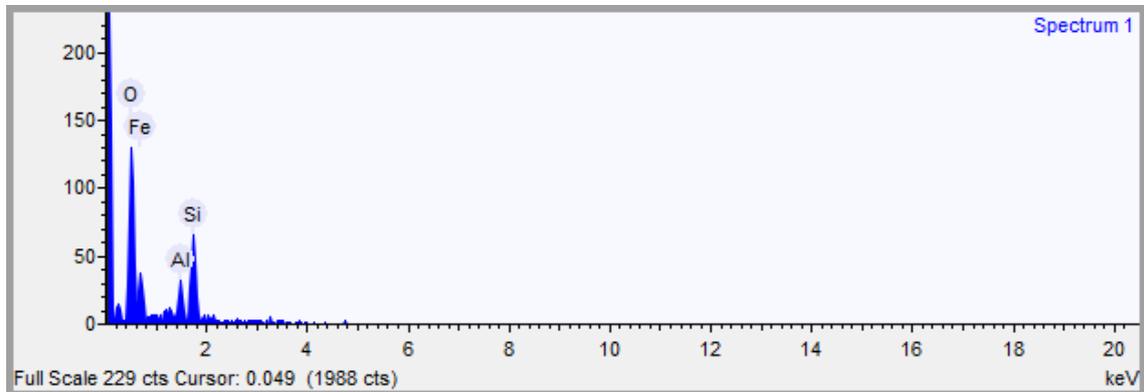
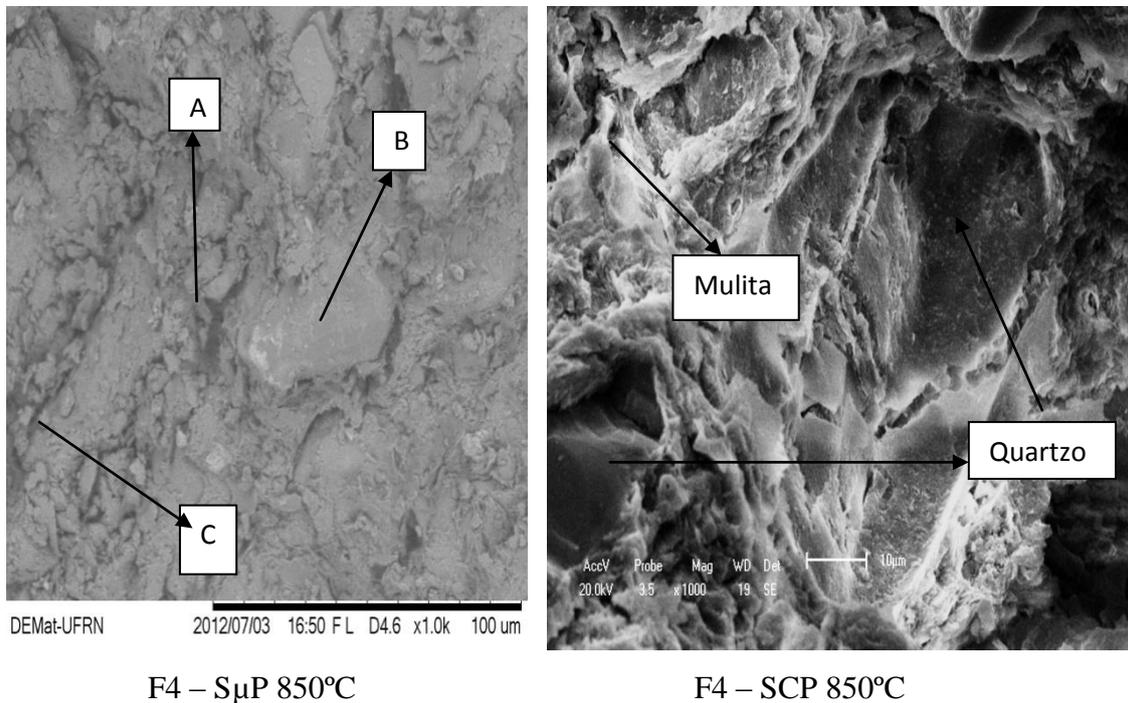
Figura 4.67 – Micrografia da superfície de fratura da formulação 1 conformada por prensagem e sinterizada a 1000 °C com patamar de 15 minutos.





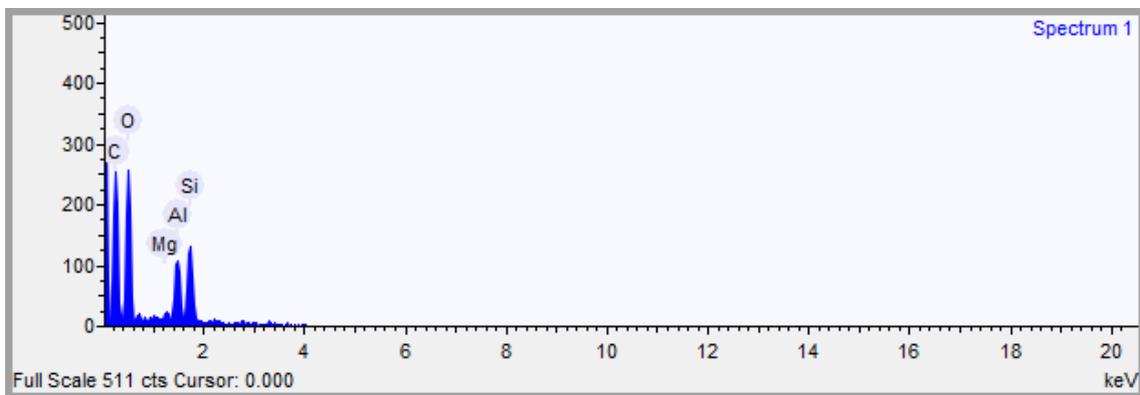
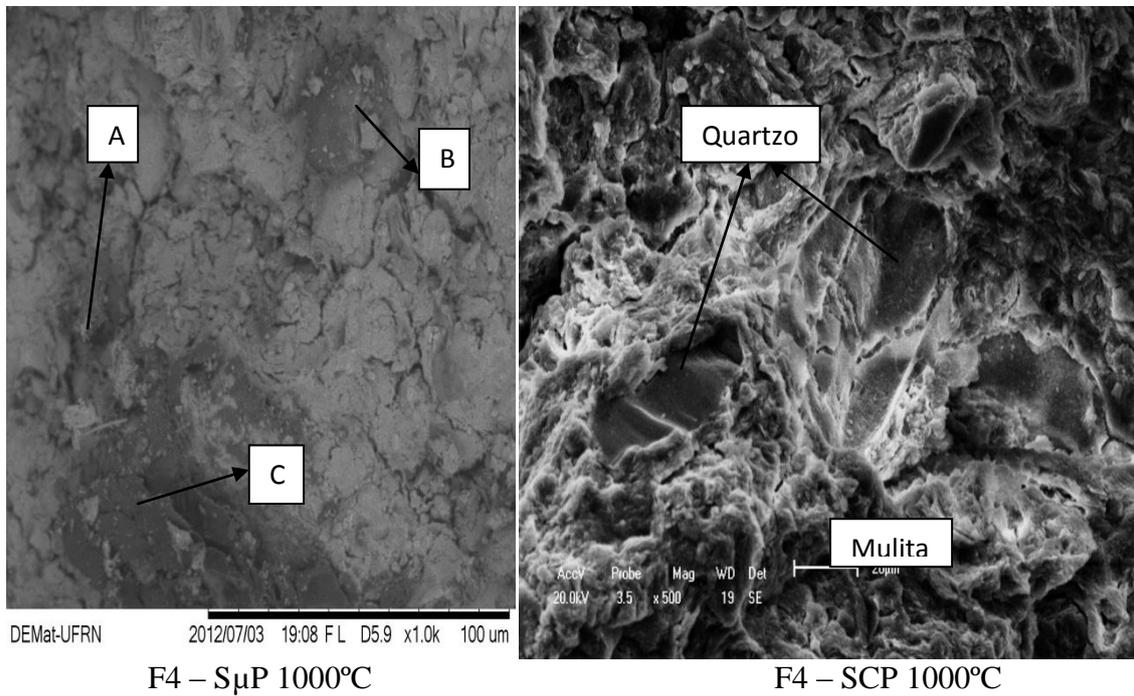
De acordo com a Figura 4.67, observa-se a matriz da Formulação F1, sinterizada a temperatura de 1000 °C e patamar de 15 minutos, onde foram definidos os pontos A, B, C e D, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). No ponto A, observa-se a presença do Al_2O_3 , o ponto B, de acordo com o resultado obtido por (EDS) constata-se a presença do quartzo, que pode ser observado nitidamente na micrografia. O ponto C apresenta a presença do óxido de ferro (FeO_2) e por ultimo o ponto D apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al,O e Fe. A amostra sinterizada no forno convencional com o mesmo patamar, os resultados mostraram que a microestrutura nesta temperatura, é caracterizada por uma formação de cristais aciculares de mulita secundária e grãos de quartzo heterogêneos.

Figura 4.68 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.



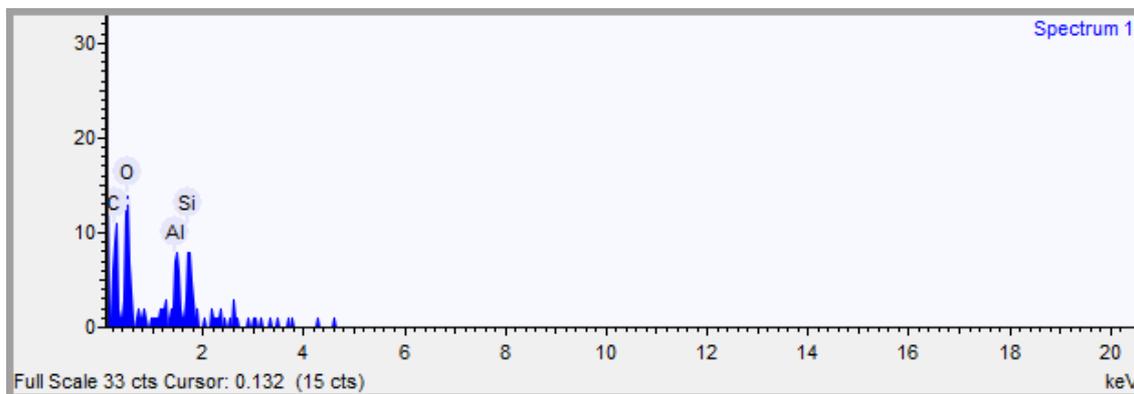
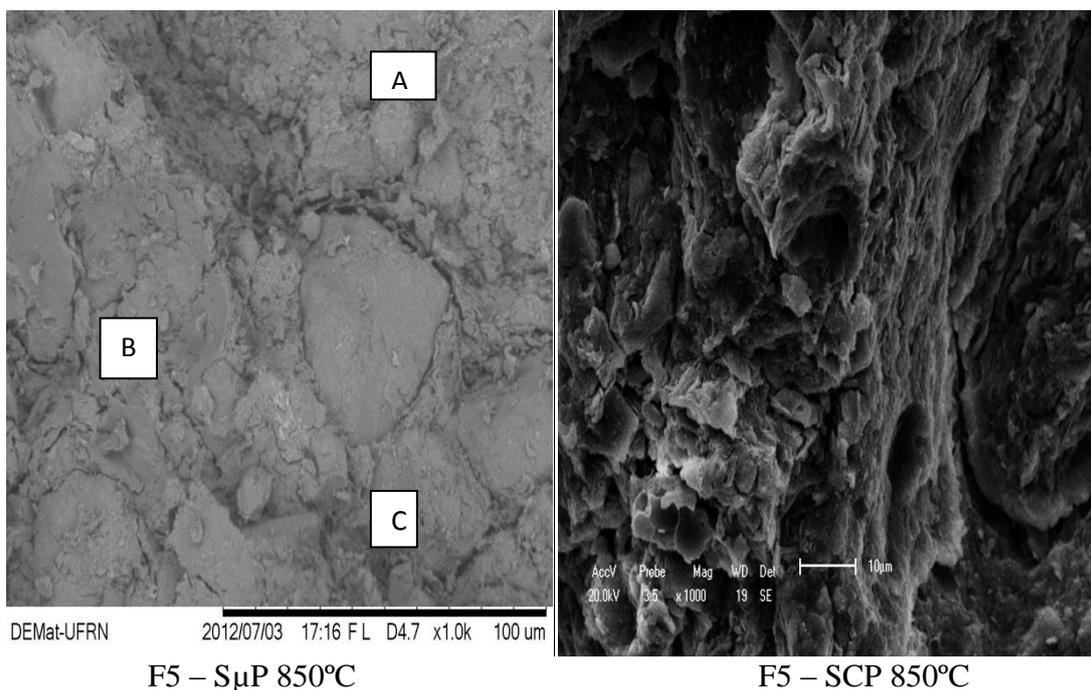
Como se pode verificar, a Formulação F4, sinterizada na temperatura de 850 °C e 1000 °C, com patamar de 15 minutos e ainda de acordo com as Figura 4.68 e 4.69, os resultados mostram que a microestrutura desenvolvida nesta temperatura, especialmente, nos corpos sinterizados em forno convencional, apresenta uma maior presença de cristais aciculares de mulita e grande quantidade de grãos heterogêneos de quartzo. É possível que isso tenha acontecido devido a uma maior concentração dos elementos químico silício (SiO_2) e alumínio (Al_2O_3), nessa mistura, presente nas matérias-primas.

Figura 4.69 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.



Já nos corpos sinterizados no forno microondas de acordo com a microanálise química por energia dispersiva (EDS), nos pontos A, B e C, foi detectado os elementos químicos básicos constituintes: silício, alumínio, oxigênio e ferro. Isso ocorre devido à composição dessa formulação ser classificada como uma matéria-prima altamente silicosa.

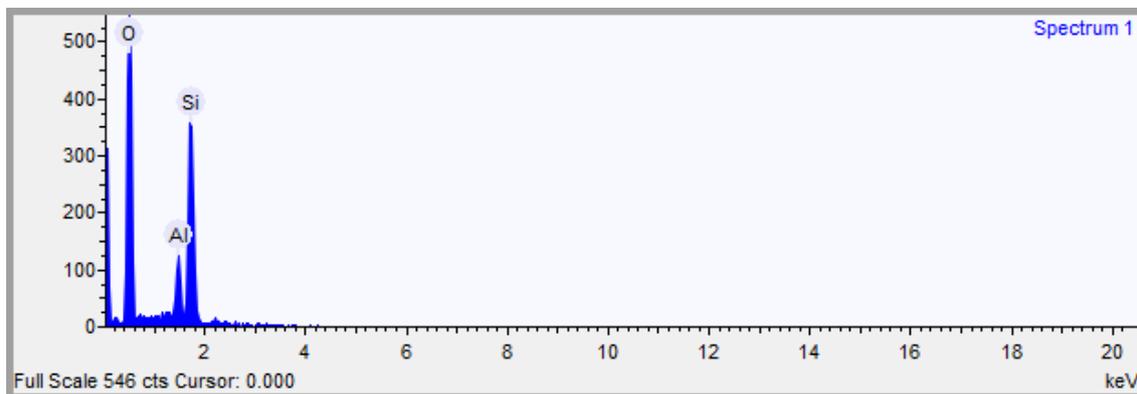
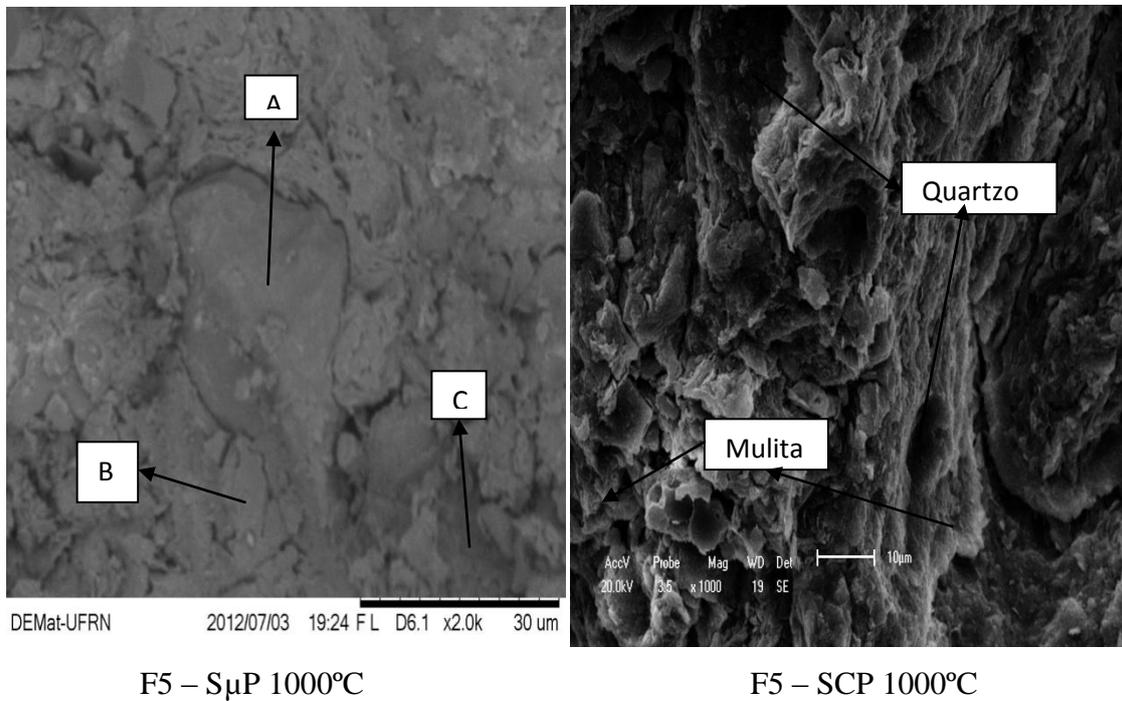
Figura 4.70 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850 °C com patamar de 15 minutos.



Na Figura 4.70, observa-se a matriz da Formulação F5, sinterizada a temperatura de 850 °C e patamar de 15 minutos, estando definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). O ponto A, de acordo com o resultado obtido por (EDS) constata-se a presença do quartzo, que pode ser observado nitidamente na micrografia. No ponto B, observa-se a presença do Al_2O_3 . O ponto C apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al, O e C. O carbono deve-se a presença de algum carbono remanescente que não saiu durante a queima. Na Figura 4.71 são mostrados os resultados para a Formulação F5, sinterizada a 1000 °C e patamar de 15 min.

Apresentando mesmas propriedades, a única diferente foi a eliminação total do carbono remanescente observado a 850 °C.

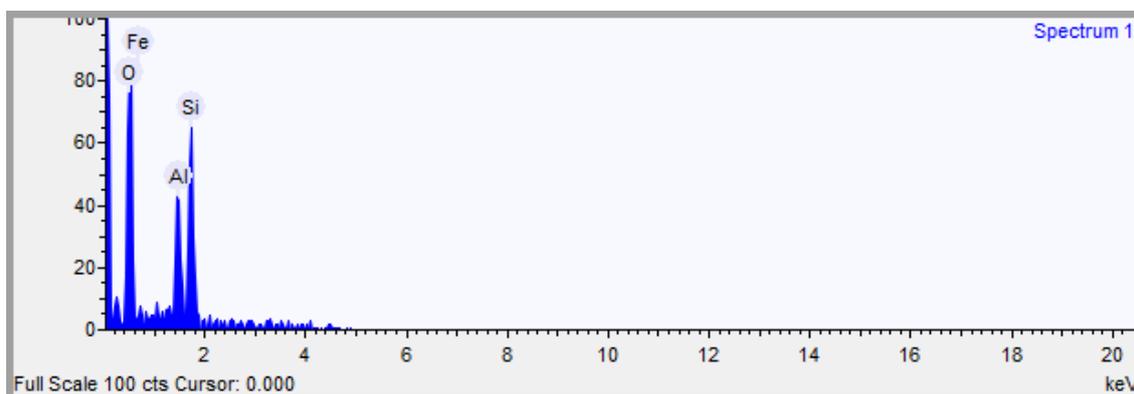
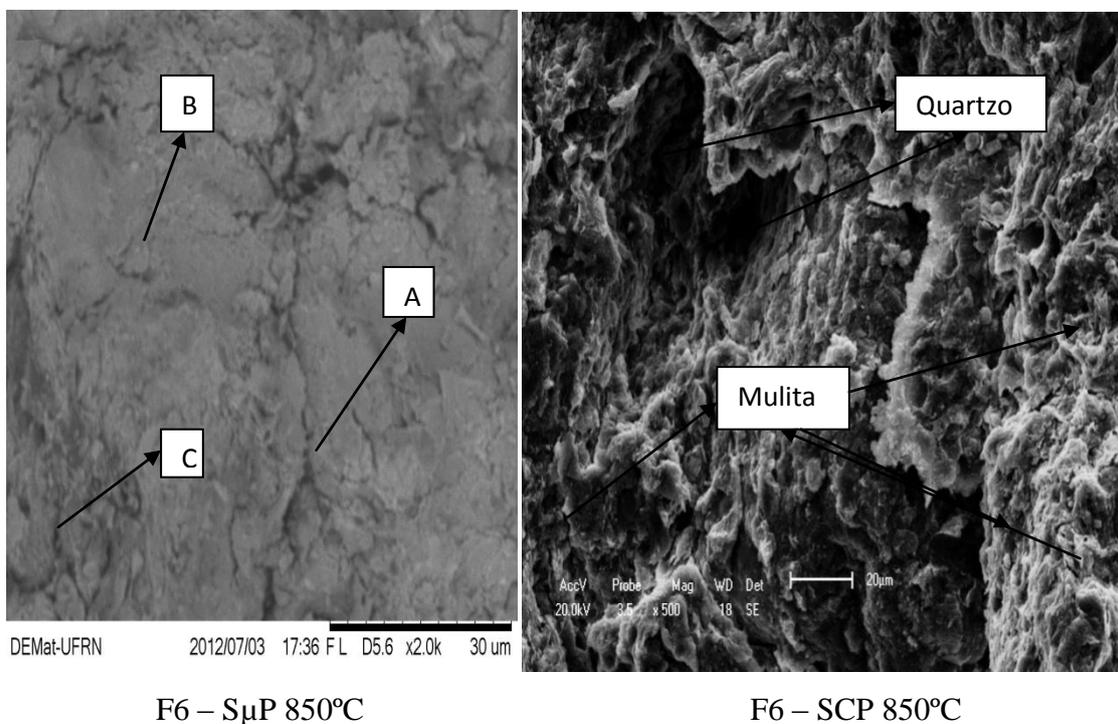
Figura 4.71 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.



Na Figura 4.72, observa-se a matriz da Formulação F6, sinterizada a temperatura de 850 °C e patamar de 15 minutos, estando definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). No ponto A, observa-se a presença do Al₂O₃. O ponto B, de acordo com o resultado obtido por (EDS) constata-se a presença de grãos de quartzo, que pode ser

observado nitidamente na micrografia. O ponto C apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al, O e Fe.

Figura 4.72 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.

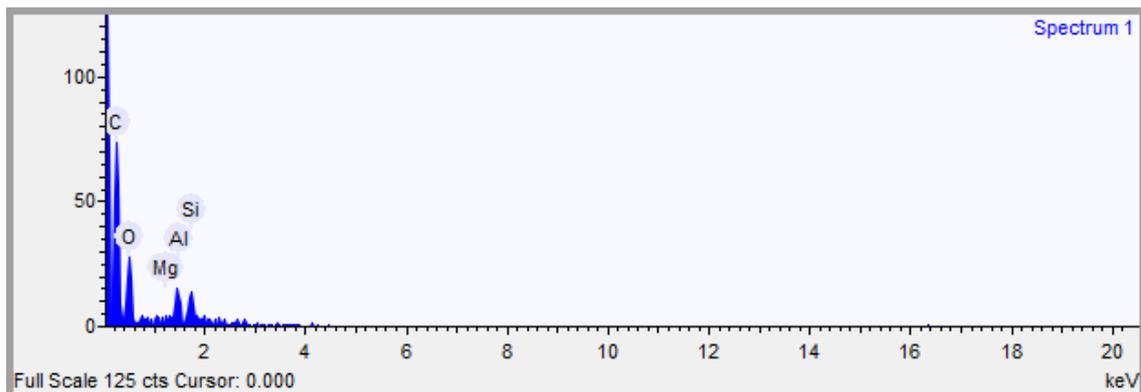
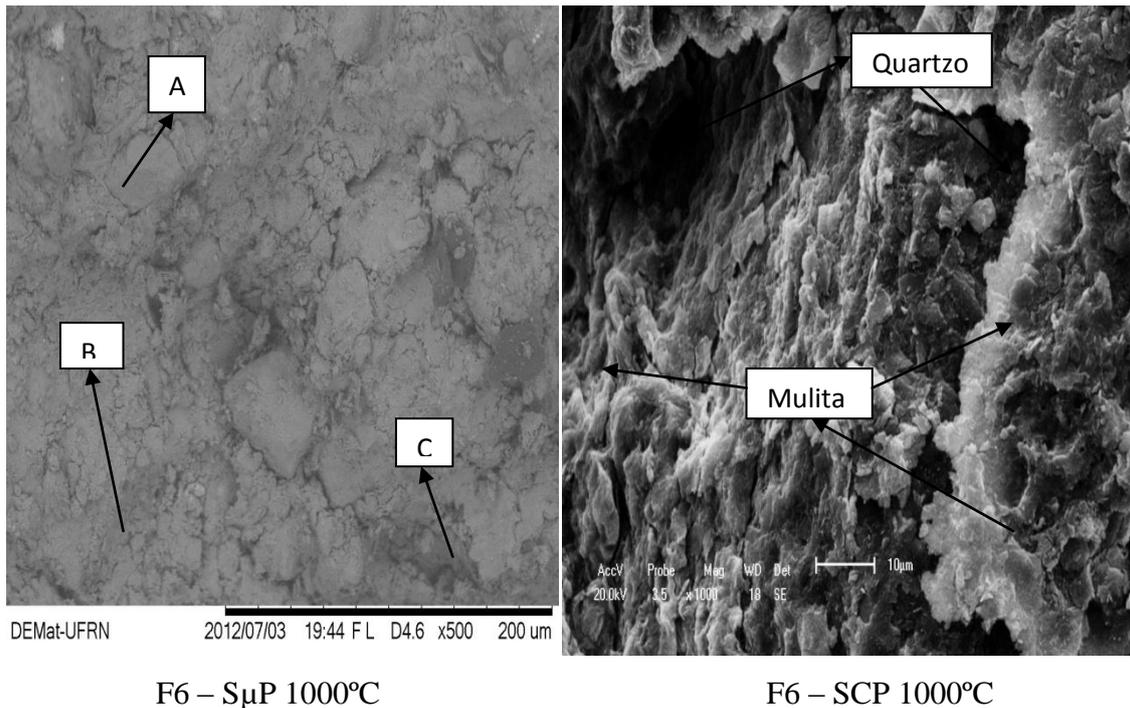


Já nas amostras sinterizada no forno convencional a 850 °C e 1000 °C, com o mesmo patamar, os resultados mostraram que suas microestruturas, são caracterizadas por uma formação de cristais aciculares de mullita secundária e traços de quartzo.

Observa-se a matriz da Formulação F6, na Figura 4.73, sinterizada a temperatura de 1000 °C e patamar de 15 minutos, estando definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva

(EDS). No ponto A, percebe-se a presença de grãos de quartzo, que pode ser observado nitidamente na micrografia. O ponto B observa-se a presença do Al_2O_3 de acordo com o resultado obtido por (EDS). O ponto C apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al, O, C e Mg.

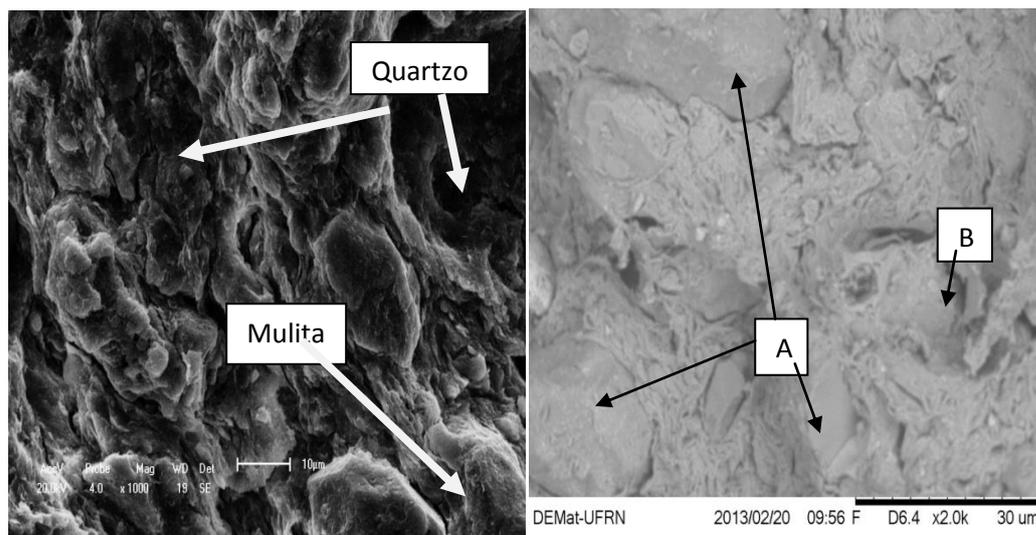
Figura 4.73 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 1000°C com patamar de 15 minutos.



As Imagens a seguir, ilustram as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), das superfícies de fratura. Essas micrografias são referentes às Formulações conformadas por extrusão, sinterizadas em forno microondas e

convencional na temperatura de 850 °C, com patamares de 15 e 60 minutos. Somente as amostras sinterizadas no forno convencional foram atacadas com (2% HF), na intenção de proporcionar uma melhor visualização da microestrutura do material.

Figura 4.74 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F1 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.



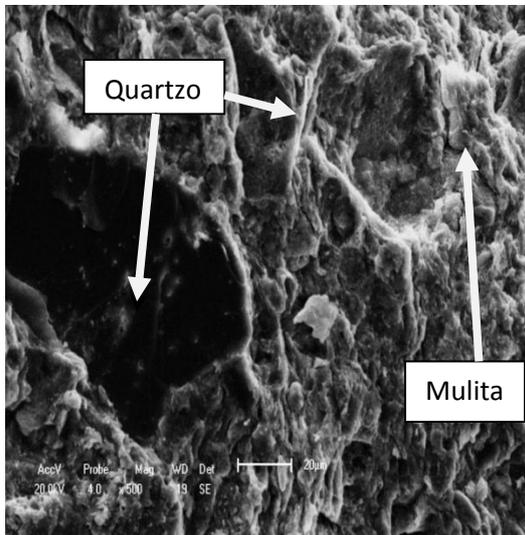
F1 – SCE 850°C

F1 – SμE 850°C

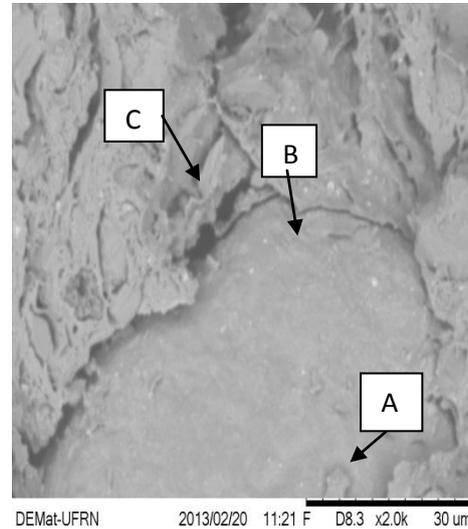
Observa-se a matriz da Formulação F1, ilustrada na Figura 4.74 acima, sinterizada a temperatura de 850 °C e patamar de 15 minutos em forno microondas foram definidos os pontos A e B, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). No ponto A, percebe-se a presença de grãos de quartzo, que pode ser observado nitidamente na micrografia. O ponto B apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, Al, Fe, K e Ti.

Já nas amostras sinterizadas em forno convencional com a mesma temperatura e com o mesmo patamar, os resultados mostraram que suas microestruturas são caracterizadas por uma formação de cristais aciculares de mulita e traços de quartzo.

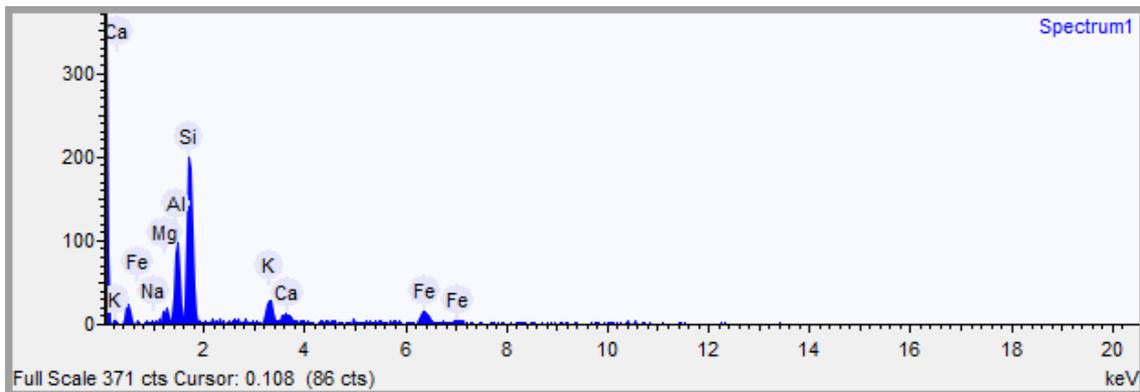
Figura 4.75 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F1 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.



F1 – SCE 850°C

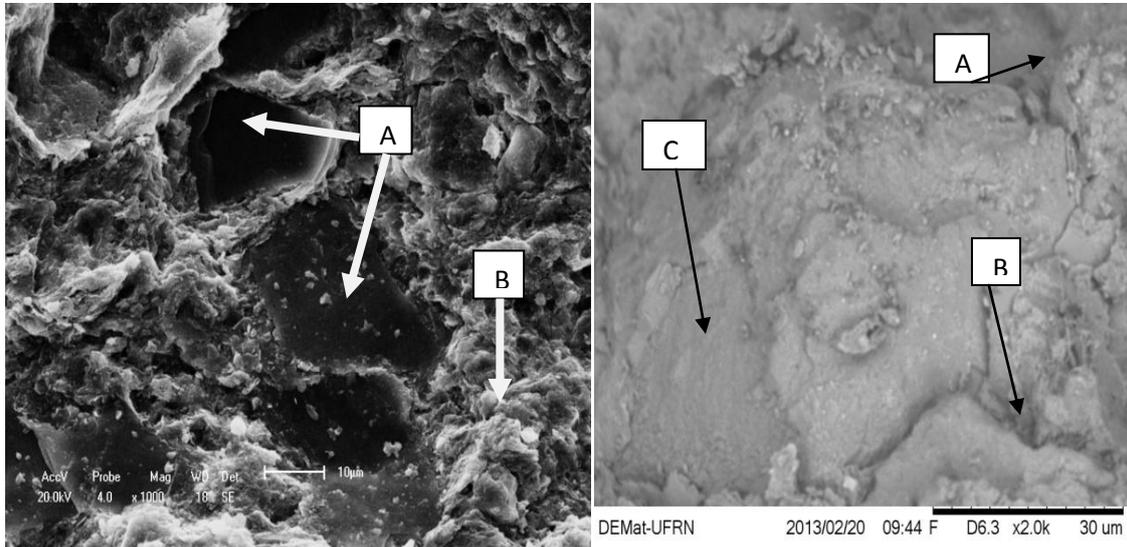


F1 – S μ E 850°C



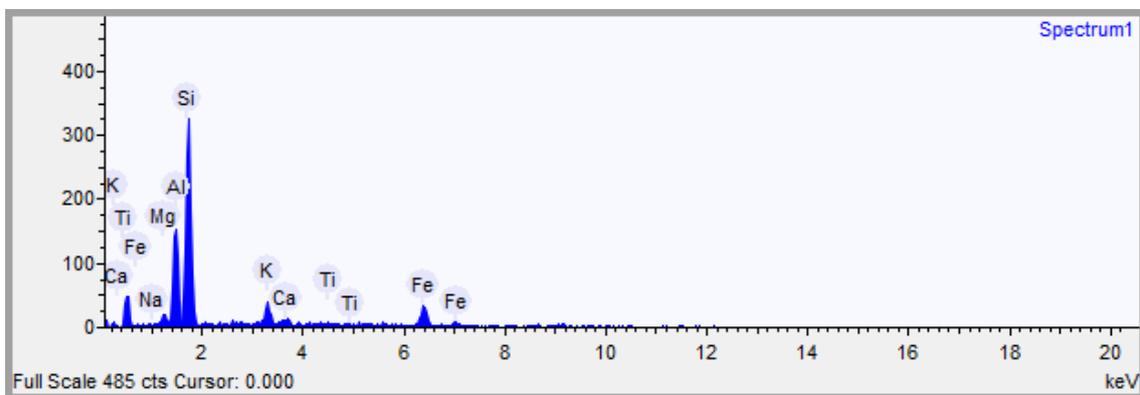
Na Figura 4.75, observa-se a matriz da Formulação F1, sinterizada a temperatura de 850 °C e patamar de 60 minutos em forno microondas, estando definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos indicados através de microanálise química por energia dispersiva (EDS). O ponto C apresenta os componentes característicos da matriz argilosa, representado por Si, K, Al, Mg, Na e Fe.

Figura 4.76 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.



F4 – SCE 850°C

F4 – SμE 850°C



Como se pode verificar, a Formulação F4, sinterizada na temperatura de 850 °C, com patamar de 15 minutos em forno convencional e microondas, e, ainda de acordo com as Figura 4.76 e 4.77, os resultados mostram uma microestrutura formada por grãos de quartzo remanescente da formulação inicial envolvidas por pequenos cristais de mulita, conforme pode ser comprovado na espectrometria de microanálise dos pontos A e B, que são basicamente composto por silício (SiO_2), alumínio (Al_2O_3) e oxigênio. Isso ocorre devido a composição dessa formulação possuir 46% de quartzo. devido a uma maior concentração dos elementos químico silício (SiO_2) e alumínio (Al_2O_3), nessa mistura, presente nas matérias-primas. Já na Formulação sinterizada em forno

microondas nos patamares de 15 e 60 minutos, de acordo com a microanálise química por energia dispersiva (EDS), nos pontos A, B e C, foram detectado os elementos químicos básicos constituintes: silício (SiO_2) e alumínio (Al_2O_3), oxigênio (O) e ferro (Fe). Isso ocorre devido à composição dessa formulação ser classificada como uma matéria-prima altamente silicosa. A formulação 4 obteve bons resultados de TRF e PA que podem ser associados aos observados nas micrografias. Os picos de titânio observados no EDS podem ser associados à fase presente na amostra e comprovada no DRX do rutilo e anatásio.

Figura 4.77 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F4 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.

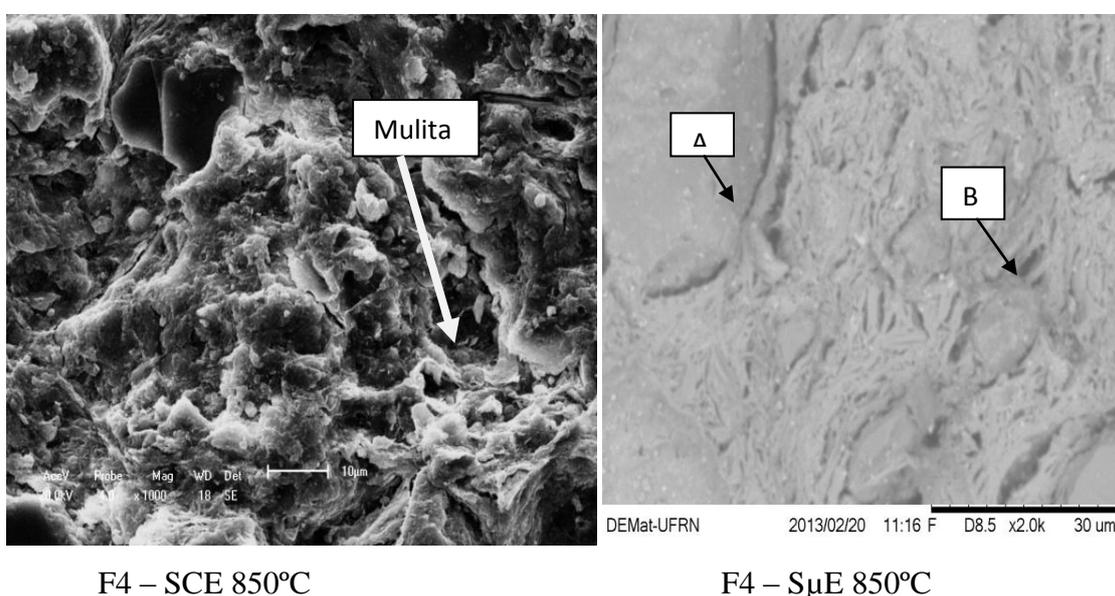
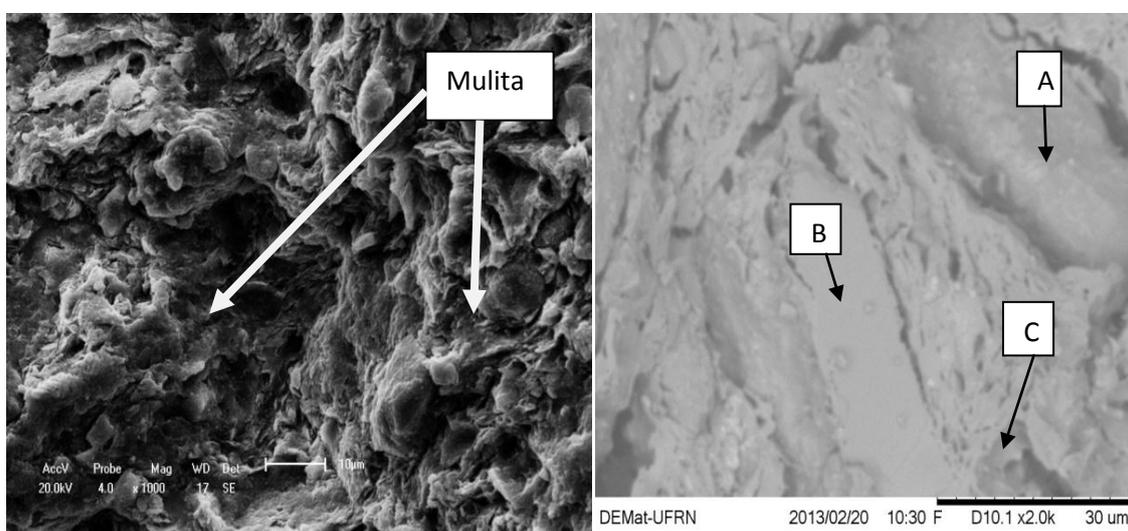
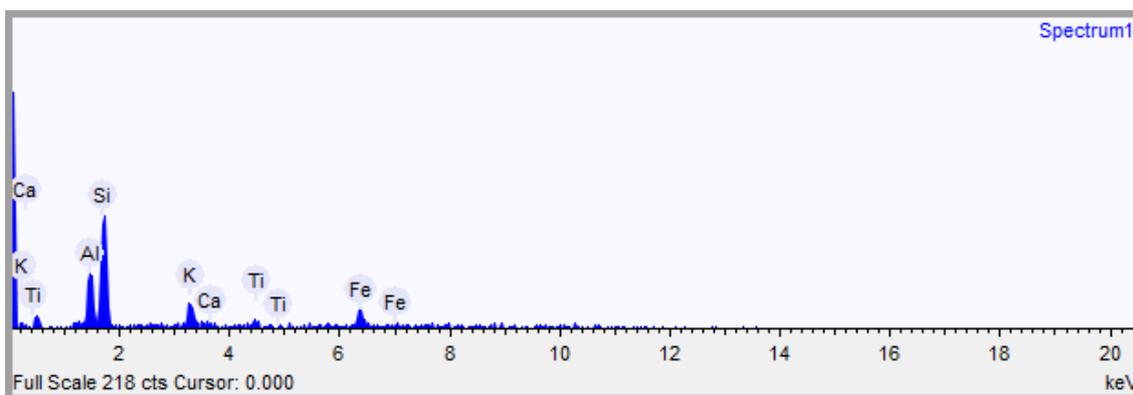


Figura 4.78 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.

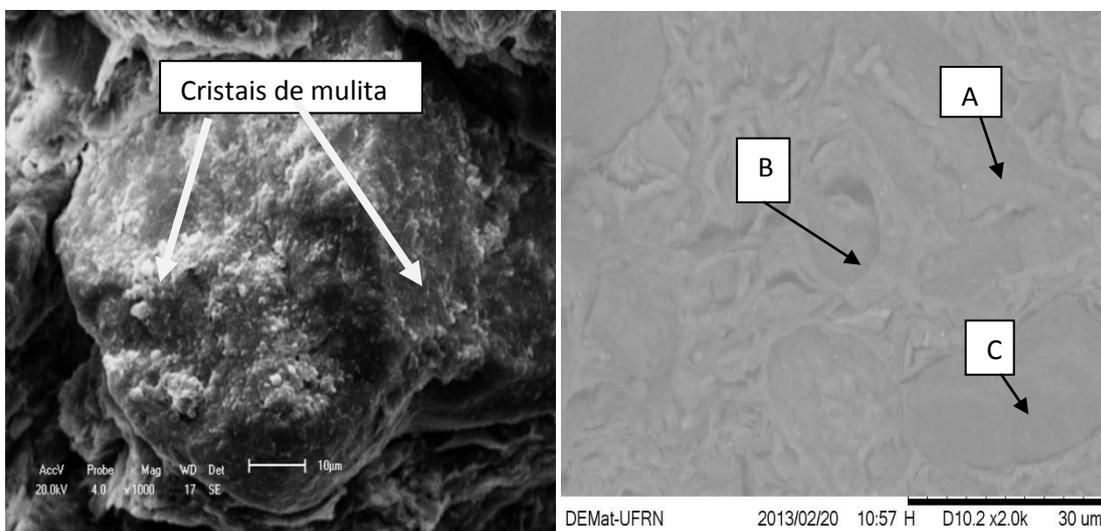


F5 – SCE 850°C

F5 – S μ E 850°C

As Figuras (4.78 e 4.79) a seguir, ilustram a matriz da Formulação F5 sinterizada a 850°C em forno convencional e microondas nos patamares de 15 minutos e 60 minutos, respectivamente, estando definidos os pontos A, B e C, com seus respectivos elementos químicos, indicados através da análise por EDS. O ponto A indica a presença de quartzo elemento mais abundante na natureza. O ponto B, com sua composição lamelar e a presença de potássio, observado por EDS, indica a presença de mica moscovita da família da esmectitas, enquanto o ponto C apresenta os componentes da matriz argilosa representados por Si, Al, K, Mg e Fe. No forno convencional, os resultados mostraram que a microestrutura desenvolvida nesta temperatura, apresenta uma maior presença de cristais aciculares de mulita e grande quantidade de grãos heterogêneos de quartzo. Esses resultados se repetiram novamente com a mesma Formulação sinterizada na mesma temperatura e nos mesmos patamares.

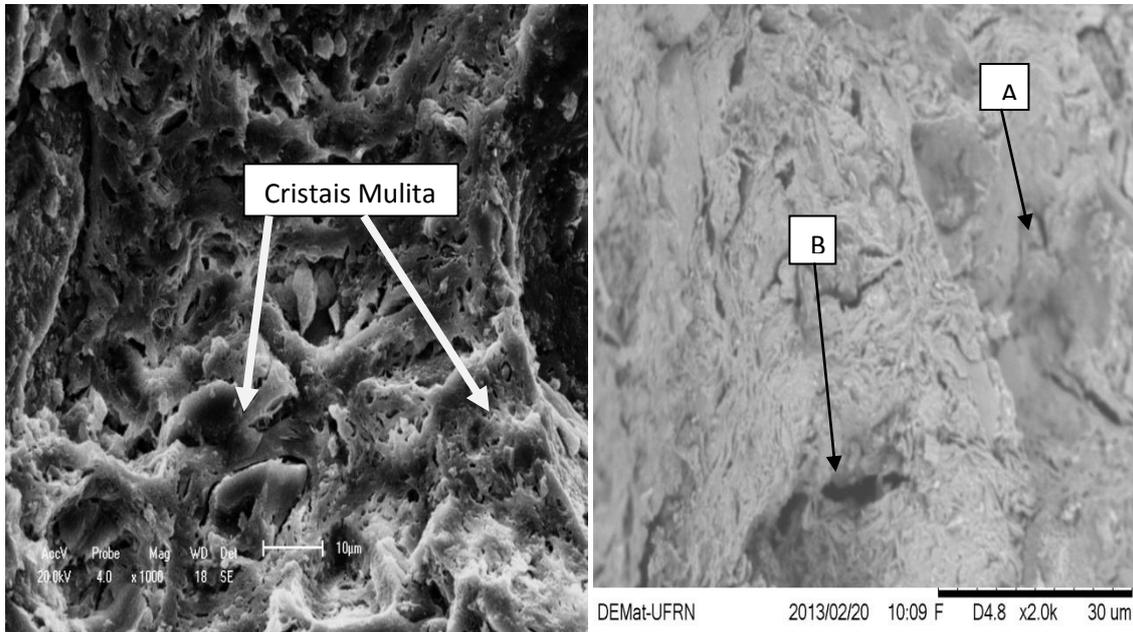
Figura 4.79 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F5 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.



F5 – SCE 850°C

F5 – S μ E 850°C

Figura 4.80 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 15 minutos.

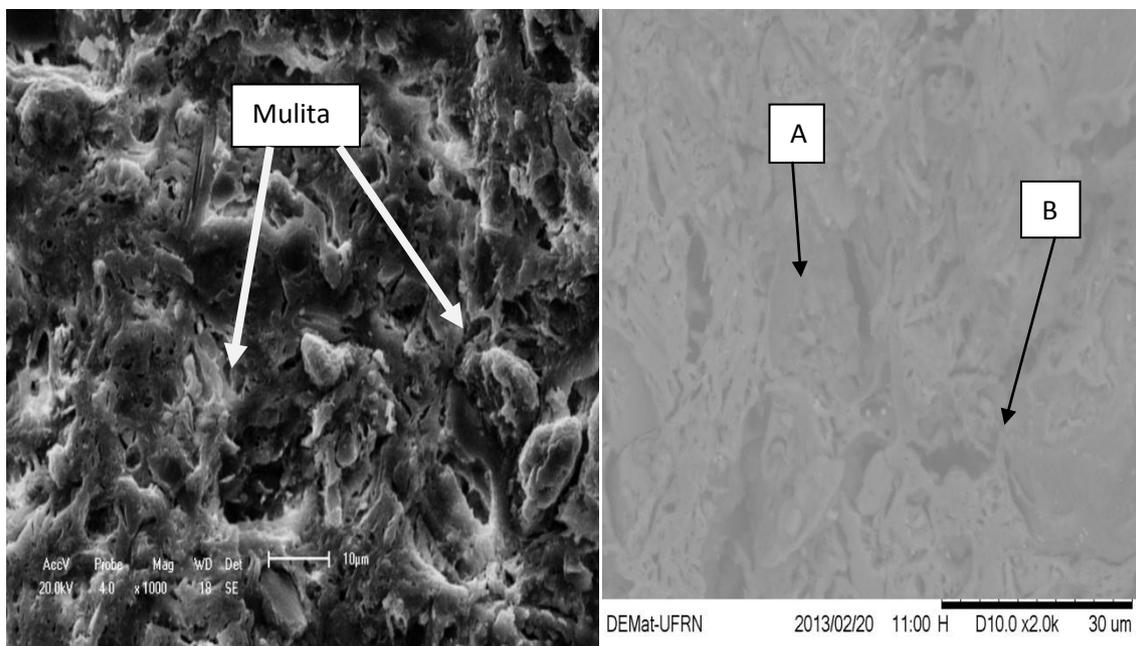


F6 – SCE 850°C

F6 – S μ E 850°C

Como se pode verificar, a Formulação F6, sinterizada na temperatura de 850 °C, com patamares de 15 minutos e 60 minutos, e, ainda de acordo com a ilustração das Figuras 4.80 e 4.81, os resultados mostram que a microestrutura desenvolvida nesta temperatura, especialmente, nos corpos sinterizados em forno convencional, apresenta uma maior presença de cristais aciculares de mulita e grande quantidade de grãos heterogêneos de quartzo. É possível que isso tenha acontecido devido a uma maior concentração dos elementos químicos silício (SiO_2) e alumínio (Al_2O_3), nessa mistura, presente nas matérias-primas. Já nos corpos sinterizados no forno microondas com mesmo patamar, de acordo com a microanálise química por energia dispersiva (EDS), nos pontos A e B, foi detectado os elementos químicos básicos constituintes: silício, alumínio, oxigênio e ferro. Isso ocorre devido à composição dessa formulação ser classificada como uma matéria-prima altamente silicosa.

Figura 4.81 – Micrografia por MEV da superfície de fratura da Formulação F6 sinterizado a 850°C com patamar de 60 minutos.



F6 – SCE 850°C

F6 – SμE 850°C

Capítulo 5

Conclusão

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados expostos anteriormente, pode-se chegar às seguintes conclusões:

Os resultados das Propriedades Tecnológicas de Absorção de água (AA) e Tensão de Ruptura e Flexão (TRF) propostas no trabalho foram adquiridos com sucesso e estão bem além do limite exigido pelas especificações das normas da ABNT-NBR 15.270 (2005) e NBR 15.310 (2009).

Os resultados das imagens de Micrografia Eletrônica de Varredura (MEV) das formulações obtidas através da sinterização por microondas apresentaram uma microestrutura com granulação mais fina. Isso pode ter sido causado pela alta taxa de aquecimento que favorece o processo de sinterização por difusão de contorno de grãos.

Na sinterização por microondas, a densificação das formulações foi alcançada em tempo mais curto que na sinterização convencional, devido a transferência direta da energia das microondas para as amostras, acelerando o processo de densificação.

Observa-se nas micrografias que com a sinterização em microondas reduz drasticamente a porosidade do material evidenciando maior densificação do material. A redução dos poros na sinterização por microondas influencia imensamente as propriedades tecnológicas, explicando o aumento da resistência mecânica dos corpos de prova sinterizados. Ou seja, se reduz os poros, aumenta a densificação e conseqüentemente o módulo de resistência mecânica.

Na sinterização dos corpos de prova no forno microondas, na temperatura de 850°C com patamar e de 15 minutos e 60 minutos, em todas as formulações foram constatados, redução de energia e tempo de processamento e homogeneidade da microestrutura dos corpos cerâmicos. As propriedades tecnológicas obtidas no estudo estão bem além do limite exigido pelas especificações das normas da ABNT-NBR 15.270 (2005) e NBR 15.310 (2009).

Com relação ao processo de conformação, vale salientar que os resultados de conformação por extrusão são superiores ao processo de conformação por prensagem, pois, as propriedades tecnológicas exigidas pelas normas vigentes que são Absorção (AA) e Resistência Mecânica (TRF), estão bem além do exigido.

Na temperatura de 1000°C com patamar de 15 minutos e 60 minutos, em todas as formulações foram adquiridas as propriedades tecnológicas e estão bem além, também, do limite exigido pelas especificações das normas da ABNT-NBR 15.270 (2005) e NBR 15.310 (2009).

Para a utilização na fabricação de componentes cerâmicos como bloco de vedação, bloco estrutural e telha, a massa utilizada apresentou uma composição suficiente para atingir os valores de absorção de água (AA%) e módulo de ruptura à flexão (TRF) exigida pela norma ABNT NBR 15270 (2005) e 15310 (2009).

Para as seis formulações, após a queima no forno convencional permanecem os picos característicos do quartzo mostrando que continua inalterado durante o processo de queima, ocorrendo apenas inversões polimórficas.

Já na queima no forno microondas das seis formulações, além dos picos do quartzo alfa que é um mineral estável, é possível perceber uma transformações de fase por volta de 850°C característicos do mineral na forma de tridimita, provavelmente, tenha forçado a quebra ou arranjo cristalino do mineral, convertendo-se em outra fase. Portanto, os difratogramas de raios-x para todas as formulações são semelhantes, ou seja, apresentam as mesmas fases.

As matérias primas estudadas poderão ser usadas pela indústria de cerâmica estrutural dependendo da adequação dos aspectos cerâmicos através de mistura e do processamento térmico, a fim de obter produtos com características finais desejados.

Capítulo 6

Referências

REFERÊNCIAS

ACCHAR, Wilson. Materiais Cerâmicos: Caracterização e Aplicações. Natal, RN: EDUFRN – Editora da UFRN, 2006.

AGRAWAL, D, CHENG, J., PEELAMEDU, R. and Roy, R. Microwave processing of ceramics and metallic materials: developments at Penn State, In: **Current Advances in Materials and Processes**, v. 17, n.4, p. 670, 2004.

ALMEIDA, Gil C. P. de. Caracterização física e classificação de solos. Universidade De Juiz de Fora / Departamento de transportes. Juiz de Fora/MG, 2004. Acesso em 12/03/07. <http://www.geotecnia.ufjf.br/MECSOL/APOSTILA2005.pdf>

ARAUJO, J. F. A influencia da adição de caulim, quartzo e feldspato potássico na formulação de massas cerâmicas para telhas: modelo estatístico. 2008. 86f. Mestrado (mestre em engenharia mecânica). Universidade federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2008.

Anuário estatístico 2011.

Arquivo: Termo de referencia. Disponível em:
www.mdic.gov.br/arquivos/dwnl_1295436730.pdf.

ANFACER (Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica), 2010. Disponível em: [HTTP://www.anfacer.org.br](http://www.anfacer.org.br).

ANICER – Associação Nacional da Indústria Cerâmica. Dados do Setor. Disponível em: [HTTP://www.anicer.com.br](http://www.anicer.com.br). Acesso em 2011.

Apresentação UFRGS. Disponível em:
http://www.lapes.ufrgs.br/discpl_grad/geologia3/argilas.pdf

ARCHELA, Edison. Minerais de Argila. Universidade Estadual de Londrina / Departamento de Geociências, Londrina-Pr, 2007. Acesso em 09/03/2007 <www.geo.uel.br/edison/argila.pdf>.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. Informações Técnicas. Disponível em: <http://www.abeceram.org.br> Acesso em: 2007.

ATTERBERG, A.: 1911, Über die Physikalische Bodenuntersuchung und Über die Plastizität der Tone. *International Mitteilgen Bodenkunde*, 1, 10–43.

BARBA, A. et al. *Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerámicas*. Edição 1997. Espanha. Castellon: Instituto de Tecnologia Cerâmica – AICE, 1997. 92p.

BARBOZA, A. C. R. N.; CRUZ, C. V. M. S.; GRAZIANI, M. B.; LORENZETTI, M. C. F.; SABADINI, E.; **Química Nova**, v. 24, p. 901, 2001.

BAUMGARTNER, C. E. **Journal of American Ceramic Society**, v. 71, n. 7, p. C-350, 1988.

BERNÈDE, J. C.; ASSMANN, L. Polycrystalline CuInSe₂ thin films synthesized by microwave irradiation. **Vacuum**, v. 59, p. 885, 2000.

BINNER, J. J. G. P. (editor): *Advanced Ceramic Processing and Technology*. Noyes Publications, v. 1, USA, 1990.

BRANCO, J. C. Argilo- Minerais, notas de aulas. Universidade Federal do Paraná / Departamento de Geologia, Paraná-Pr, 2007. Acesso em 09/03/2007 < <http://www.geologia.ufpr.br/graduacao/agronomia/argilominerais.pdf> >.

BREWER, M. A.; BROWN, I. G.; DICKINSON, M. R.; GALVIN, J. E.; MACGILL, R. A. and SALVADORI, M. C. Simple, safe, and economical microwave plasma-assisted chemical vapor deposition facility. **Review of Scientific Instruments**, v. 63, n. 6, p. 3389, 1992.

BROSNAN, K. H.; MESSING, G. L.; AGRAWAL, D. K., J. Microwave sintering of Alumina at 2.45 GHz. **Journal of American Ceramic Society**, v. 86, n. 8, p. 1307, 2003.

CHINELATTO, S. A. Et al. Sinterização de alumina obtida por síntese química utilizando microondas. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

CABRAL JUNIOR, M.; NOTTA, J. F. M.; ALMEIDA, A. S.; TANNO, L. C. Argilas para cerâmica vermelha. In: rochas e minerais industriais – Usos e especificações – LUZ, A. B.; LINS, F. F. Centro de tecnologia mineral (CETEM) – Ministério da ciência e tecnologia (MCT), p.583-605, Rio de Janeiro, 2005.

CLARK, D. E.; SUTTON, W. H. Microwave processing of materials. **Annual Reviews of Materials Science**, v.26, p. 299–331, 1996.

CHIANG, S.; NISHIOKA, M.; FULRATH, R.M.; PASK, J. A., **American Ceramic Society Bulletin**, v. 60, p.484, 1981.

DUTRA, R. P. S. Efeito da velocidade de aquecimento nas propriedades de produtos da cerâmica estrutural. 2007. 138f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2007.

FIGUEIREDO, S. C. Estudo exploratório de incorporação da lama de filtros rotativos a vácuo (LFRV), gerada na Millennium inorganic chemicals, em uma matriz cerâmica vermelha. 2008. 164f. Dissertação (Mestrado em Gerenciamento e Tecnologias Limpas no Processo Produtivo), Universidade Federal da Bahia. Escola Politécnica, 2008. Salvador.

FONSECA, M. G.; DE PAULA, D. R.; TEIXEIRA, R. A.; MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, A. O. . Estudo de Matérias Primas Fundentes. Anais do 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, 1999.

GARCIA, R. C. Método construtivo monolite: um estudo de caso comparativo de custos com o método convencional específico em uma casa em Camaçari/BA, 2009. 55f. Monografia (Bachareu em engenharia civil). Salvador, Bahia.

GELFUSO, M. V., Tese de Doutorado, DEMa-UFSCar, S. Carlos – SP, 1998.

GELFUSO, M. V.; TEIXEIRA NETO, F.; THOMAZINI, D. Sinterização de cerâmicas à base de PZT em forno de microondas. **Cerâmica**, v. 53, n. 327, São Paulo July/Sept, 2007.

GRIM, R. E. Applied Clay Mineralogy. New York: McGraw-Hill, 422p.,1962.

HAINES, W. B. Studies in the physical properties of soils: I. Mechanical properties concerned in cultivation. **The Journal of Agricultural Science**, v. 15, n. 2, p. 178 – 200, 1925.

HSUEH, C. C.; MECARTNEY, M. L.; HARRISON, W. B.; HANSON, M. R. B.; KOEPKE, B. G. **Journal of Materials Science Letter**, v. 8, p. 1209, 1989.

INFORME: BANCO DO NORDESTE, ETENE, 2010.

JUNG, S.; SHIN, DONG-wook; KIM, Hyoun-soo. Apparatus for forming thin film using microwave and method therefore. US Patent No. 6,384,390, 07 may 2002.

KATZ, J. D.; BLAKE, R. D. Microwave Sintering of Multiple Alumina and Composite Components. **American of Ceramic Society Bulletin**, v. 70, p. 1304 – 308, 1991.

KATZ, J. D. Microwave Sintering of Ceramics, **Annual Review Materials Science**, v. 22, p.153 – 170, 1992.

KINGMAN, S. W. & ROWSON, N. A. Microwave treatment of minerals-a review. **Minerals Engineering**, v.11, n.11, p.1081-1087, 1998.

KINGSTON, H. M.; JASSIE, L. B., eds.; Introduction to Microwave Sample Preparation, ACS: Washington, 1988.

KRELL, M.; MA, H. Nanocorundum – **Advanced synthesis and Processing NanoStructured Materials**, v. 11, n. 8, p. 1141 – 1153, 1999.

KOMARNENI, S.; KOMARNENI, J. S.; NEWALKAR, B.; STOUT, S. Microwavehydrothermal synthesis of Al-substituted tobermorite from zeolites. **Materials Research Bulletin**, v. 37, p. 1025, 2002.

LANDIN, S. M.; SCHULZE, W. A. **Journal of American Ceramic Society**, v. 73, n. 4, p. 913, 1990.

LEE, J.; KUMAGAI, N.; WATANABE, T., YOSHIMARU, M. Direct fabrication of oxide films by a microwave-hydrothermal method at low temperature. **Solids State Ionics**, v. 151, 2002.

MACHADO, A. T. . Estudo da incorporação e estabilização do pó de aciaria elétrica em matrizes de cerâmica vermelha. 2005. 135p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2005.

MENEZES, R. R.; P. M. Souto; R. H. G. A. Kiminami: Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects. **Cerâmica**, v. 53, p. 1 – 10, 2007.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Microwave sintering of ceramics. Part III: Sintering of zirconia, mullite and alumina. **Cerâmica**, v. 53, p. 218 – 226, 2007.

METAXAS, A. C. Foundations of Electroheat: A unified approach, ed. John Wiley & Sons, 1995.

MINEROPAR – Minerais do Paraná. ROCHAS, MINERAIS e MINÉRIOS. Acesso em 07/04/2007 <http://www.pr.gov.br/mineropar/htm/rocha/argila.html> , atualizado em 09/06/2006

MIZUNO, M.; OBATA, S.; TAKAYAMA, S.; SADATAKA, I.; KATO, N.; SATO, M. Sintering of alumina by 2.45 GHz microwave heating. **Journal of European Ceramic Society**, v. 24, p. 387, 2004.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL Jr, M. As Matérias-Primas Cerâmicas. Parte I: O Perfil das Principais Indústrias Cerâmicas e Seus Produtos. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n 2, Março/Abril, 2001.

MOTTA, J. F. M.; CABRAL JR, M.; ZANARDO, A.; TANNO, L. C. As Matérias- Primas Cerâmicas. Parte II: Os Minerais Industriais e as Massas da Cerâmica Tradicional. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n 1, Janeiro/Fevereiro, 2002.

NONO, M. C. A.: Compaction behavior study of powder composed by nanoparticles agglomerates and aggregates. **Materials Science Forum**, v. 530, p. 461 – 466, 2006.

NOTICIA SEMAR 2011, Governo vai investir na produção de carvão e lenha sustentáveis. 21/09/2011 12:37. A partir: <http://www.semar.pi.gov.br/noticia.php?id=1883>

NORTON, F. H. Introdução à tecnologia cerâmica. Tradução Jefferson Vieira de Souza, São Paulo, Editora da Universidade de São Paulo, 1973.

OLIVEIRA, A. P. N.; MONTEDO, O. R. K.; PIZETE, J.; CASAGRANDE, M. Matérias-primas Empregadas na Fabricação de Tijolos e Blocos de Construção: Características e Influência sobre as Propriedades do Produto Final. **Cerâmica**, n. 10, p. 57 – 65, 2000.

ORTIZ, A. I. C.; ALBARRAN, Y. M.; RICA, C. C. **Journal of Analytical Atomic Spectrometry**, v. 17, p. 1595, 2002.

PETRUCCI, E. G. R. Materiais de Construção. 10ªed. São Paulo: Globo, 435p.,1995.

PINHEIRO, R. UFSM. Apresentação Power point.

RAO, V. V. V. N. S. R; RAVIKANTH, S.; REDDY, G. V.; MAITRAIE, D.; YADLA, R.; RAO, P. S.; **Synthetic Communications**, v. 33, p. 1523, 2003.

REH, C. T.; GERBER, A. Total solids determination in dairy products by microwave oven technique. **Food Chemistry**, v. 82, n. 125–131, 2003.

REED, J.S. Principles of ceramics processing. 2 ed. New York: John Wiley & Sons Inc, 1995. 658p. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15270-1: Componentes cerâmicos. Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – Terminologia e requisitos. Rio de Janeiro, 2005.

RIBEIRO, M. J. et al.. Aspectos Fundamentais Sobre a Extrusão de Massas de Cerâmicas Vermelhas. **Cerâmica Industrial**, n. 8, v. 1, 2003.

ROSINI, F.; NASCENTES, C. C.; NÓBREGA, J. A.; **Quimica Nova**, v. 27, p. 1012, 2004.

SANTOS, P. S. Ciência e Tecnologia de argilas, vol. 1, Ed. São Paulo: Edgar Blucher, 408p., 1989.

SEBRAE / ESPM, 2010

SENAI, Pi. 2010 e 2011.

SILVA, J. R. R. 2005. Dissertação.

SILVELENE-SILVA, A., NONO, M. C. A. e MINEIRO, S. L. Estudo da aglomeração e agregação de nanopartículas de alumina hidratada em tratamentos térmicos por microondas. Arquivo IPEN. A partir: http://mtc-m19.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m19/2011/01.04.18.12/doc/CMS_ctms_1006-pt.pdf

SINDICER, 2011.

SOUZA SANTOS, P. Ciência e tecnologia das argilas. 2º Ed., v. 1 e 2, São Paulo, Edusp, 1975.

SUTTON, W. H., Microwave processing of ceramic materials. **Journal of American Ceramic Society Bulletin**, v.68, p. 376, 1989.

SUBASRI, R.; MATHEWS, T.; SWAMINATHAN, K.; SREEDHARAN, O. M. Microwave assisted synthesis of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{CrO}_3$ ($x=0.05, 0.15$ and 0.30) and their thermodynamic characterization by fluoride emf method. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 354, p. 193, 2003.

THOMAZINI, D.; TEIXEIRA NETO, F.; GELFUSO, M.V. Sinterização por microondas de cerâmicas de $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$, In: 49o Congresso Brasileiro de Cerâmica, único, Águas de São Pedro, Anais do 49o Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Paulo: ABCeram, 2005. CD-ROM.

TOMAZETTI, R. R. Análise da produção de cerâmica vermelha da região central do estado do rio grande do sul. 2003. 190f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, 2003.

VAN VLACK, L. H. Propriedades dos materiais cerâmicos. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo: Edgard Blucher, 1973.

VASCONCELOS, J. S.; LIMA, R. C.; VASCONCELOS; N. S. L. S., PASKOCIMAS; C. A., LEITE, E. R.; VARELA, J. A.; LONGO E. Aparato e método para obtenção de alumina gama na cor preta usando forno microondas. Pedido de patente submetido em 07/outubro/2004.

VASCONCELOS, J. S.; VASCONCELOS, N. S. L. S.; GOMES, J. W.; ZANETTI, S. M.; LEITE, E. R.; VARELA, J. A.; LONGO, E. Aparato e método para cristalização de filmes finos de materiais óxidos usando forno microondas doméstico. PI 0302339-7, 11 de julho de 2003.

VASCONCELOS, J. S.; VASCONCELOS, N. S. L. S.; VARELA, J. A.; LONGO, E. Aparato e método para tratamento térmico de materiais cerâmicos por irradiação de microondas. 2007. Artigo obtido a partir: <http://www.redenet.edu.br/ojs/index.php/tecnologia/article/viewFile/30/26>

VERÇOZA, E. J. Materiais de Construção I. 3ed. Porto Alegre: Sagra, 153p. 1987.

XIE, Z.; GUI, Z.; LI, L.; SU, T.; HUANG, Y. Microwave sintering of lead-based relaxor ferroelectric ceramics. **Materials Letter**, v. 36, p. 191, 1998.

WATKINS, K. W. Heating in microwave ovens: An example of dipole moments in action. **Journal of Chemical Education**, v. 60, p. 1043, 1983.

WENTWORTH, C. K. *Methods of Mechanical Analysis of Sediments*. University of IOWA studies in Natural History. Vol XI, nº 11, 1920.

Acesso em 10/03/2007 no site:

<http://people.uncw.edu/dockal/gly312/grainsize/Wentworth.pdf>

ZIMBACK, C. R. L. *Solos – Mineralogia e Petrologia*. Universidade Estadual Paulista / Grupo de Estudos Georreferenciados, Botucatu, 2003.

<http://www.fca.unesp.br/intranet/arquivos/Apost-Solos-Mineralogia.pdf>

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por estar sempre comigo e por que é Ele que nos dar a força diária que precisamos para caminhar.

Agradeço a todos os meus amigos que se fizeram presentes em todas as etapas.

E aos órgãos de fomento: CNPQ, CAPES e ao REUNI.