

## **ESTUDO DE FORMULAÇÕES PARA APLICAÇÃO EM PLACAS CERÂMICAS**

**Rogério César Almeida Pinto, roger\_materiais@yahoo.com.br<sup>1</sup>**

**Jaciane Morais Carneiro, moraisa2802@gmail.com<sup>2</sup>**

**Jota Carlos Luz, jcfet\_carlos@yahoo.com.br<sup>3</sup>**

**Jean Carlos Silva Andrade, lp\_jeandrade@yahoo.com.br<sup>3</sup>**

**Daniel Araújo de Macedo, damaced@gmail.com<sup>3</sup>**

**Ricardo Peixoto Suassuna Dutra, ricardodutra@ct.ufpb.br<sup>4</sup>**

**Rubens Maribondo do Nascimento, rmaribondo@ufrnet.br<sup>1,2,3</sup>**

<sup>1</sup>Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica

<sup>2</sup>Curso de Graduação em Engenharia de Materiais

<sup>3</sup>Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais  
Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Brasil

<sup>4</sup>Departamento de Engenharia de Materiais  
Universidade Federal da Paraíba – UFPB, Brasil

**Resumo:** O setor de construção civil está fortemente relacionado à indústria de cerâmica vermelha. Esse setor utiliza a argila como matéria-prima para fabricação de diversos produtos como, por exemplo, placas cerâmicas. Neste estudo, dois tipos de argila foram coletados em jazida localizada no município de Ielmo Marinho (RN) e caracterizados por análise termogravimétrica (TG/DTG), análise térmica diferencial (ATD), difratometria de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX) e análises de distribuição de tamanho de partícula. Na fabricação de placas cerâmicas por prensagem uniaxial foram formuladas quatro misturas de diferentes proporções em massa. Após queima a 850, 950 e 1050 °C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e isoterma de 30 minutos, foram determinadas as seguintes propriedades tecnológicas: retração linear de queima, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão (3 pontos). Os resultados indicam que a mistura contendo 75% em massa da argila plástica, após queima a 1050 °C, atinge as especificações para revestimento poroso (BIII), de acordo com a NBR 13818/1997.

**Palavras-chave:** formulação de massa cerâmica, caracterização, placas cerâmicas.

### **1. INTRODUÇÃO**

A indústria de cerâmica vermelha utiliza sua principal matéria-prima, a argila, para confecção de blocos, telhas, materiais de revestimento e pavimentação, sendo o principal receptor desses produtos o setor de construção civil. Para melhor aceitação no mercado, as propriedades físico-mecânicas dos produtos confeccionados devem estar de acordo com normas técnicas estabelecidas (Dutra et al., 2008).

Em processos industriais, como as propriedades do produto final estão interligadas à característica inicial da matéria-prima, é necessária uma identificação completa do tipo de argila utilizado. Essa identificação é realizada por meio de técnicas como: difração de raios X, análise química, análise térmica, distribuição de tamanho de partículas e medidas de plasticidade. Unindo-se essas técnicas é possível identificar e quantificar o argilomineral predominante e os minerais acessórios podendo-se, desta forma, adequar a massa cerâmica ao processo industrial. Quando prevalecem os argilominerais, a argila apresenta uma granulometria fina, uma grande área superficial, alta solubilidade e instabilidade térmica. Por outro lado argilas com maior quantidade de minerais acessórios possuem granulometria mais grosseira, menor área superficial específica, maior resistência química, maior estabilidade térmica e menor solubilidade em comparação às argilas com predominância de argilominerais (Dutra et al., 2006).

Na indústria de cerâmica vermelha, o processo de fabricação é composto por três grandes etapas: preparação da massa cerâmica, conformação do produto e tratamento térmico (Dutra et al., 2006). A primeira etapa consiste no beneficiamento, ocorrendo a cominuição da matéria-prima. Também nessa etapa as matérias-primas são misturadas, adicionando-se água e, se necessário ao processo, aditivos. A etapa de conformação do produto pode ocorrer por técnicas de prensagem, colagem ou extrusão. A escolha de uma ou outra técnica dependerá das características do produto final e dos fatores econômicos envolvidos. Por fim, a etapa de tratamento térmico compreende as fases de secagem e queima. Após esta última fase, o produto confeccionado adquire suas propriedades finais (ABC, 2010). A

determinação destas propriedades somada aos resultados obtidos das técnicas de caracterização permite indicar o uso adequado da matéria-prima argilosa, conhecer seu comportamento durante o processamento e fazer formulações com maior precisão (Dutra et al., 2006). Este trabalho teve como objetivo estudar as propriedades físico-químicas e tecnológicas de argilas provenientes do município de Ielmo Marinho (RN), visando avaliar a sua potencialidade na conformação de placas cerâmicas obtidas por prensagem.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram coletadas, em seu estado bruto, dois tipos de argila localizadas no município de Ielmo Marinho, estado do Rio Grande do Norte. As argilas foram identificadas como: argila não-plástica (magra) e argila plástica (gorda). Após coleta, parte das amostras foi seca em estufa elétrica ( $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) por 24 h, destorroada com auxílio de almofariz e pistilo e acondicionada em depósitos plásticos. As seguintes técnicas de caracterização foram realizadas nessas amostras: difratometria de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX) e análise de distribuição de tamanho de partícula. Concomitantemente, outras frações argilosas submetidas à secagem natural também foram destorroadas e caracterizadas por análise termogravimétrica (TG/DTG) e análise térmica diferencial (ATD). Na análise de distribuição de tamanho de partícula, foram utilizadas amostras pré-selecionadas na peneira ABNT nº 40. Nas demais técnicas, a peneira utilizada foi a ABNT nº 200. As características mineralógicas de cada argila foram obtidas pela técnica de difração de raios X (DRX), utilizando radiação  $\text{Cu K}\alpha$  em um difratômetro XRD-6000 da Shimadzu nas seguintes condições: intervalo de  $2^{\circ}$  a  $80^{\circ}$ , velocidade de  $2^{\circ}/\text{min}$  e passo de  $0,02^{\circ}$ . A fluorescência de raios X (FRX), realizada em espectrômetro de raios-X EDX-700 da Shimadzu, foi usada para se obter informações quanto à composição química das amostras. A análise granulométrica foi realizada em granulômetro a laser da marca CILAS modelo 920 L. A quantidade a ser analisada foi dispersa em meio aquoso sob perturbação mecânica (ultra-som) durante o tempo de 60 s. Tanto a análise termogravimétrica (TG/DTG), que indica a variação de massa em função da temperatura, como a análise térmica diferencial (ATD), cujos resultados fornecem curvas que possibilitam a identificação de picos endotérmicos e exotérmicos, foram realizadas em equipamento da bp Engenharia modelo 3000-20. Nessas análises, as amostras foram tratadas termicamente até a temperatura de  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , utilizando-se uma taxa de aquecimento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . As propriedades tecnológicas foram determinadas em corpos-de-prova (CPs) prensados em matriz metálica de cavidade retangular ( $60 \times 20\text{ mm}$ ), utilizando-se prensa hidráulica PHS 15t Schulz. Os CPs foram confeccionados a partir de quatro formulações de diferentes proporções em massa. Depois de prensados e secos, os CPs foram queimados nas temperaturas de  $850$ ,  $950$  e  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ . O ciclo térmico constou de taxa de aquecimento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , isoterma de 30 min na temperatura de queima e resfriamento natural dentro do forno. Na Figura (1) é apresentado o procedimento para confecção dos CPs e as propriedades tecnológicas avaliadas. A resistência mecânica dos CPs foi avaliada, em máquina universal de ensaios mecânicos da Shimadzu, por meio de tensão de ruptura à flexão em três pontos utilizando uma velocidade de carregamento de  $0,5\text{ mm}/\text{min}$ .

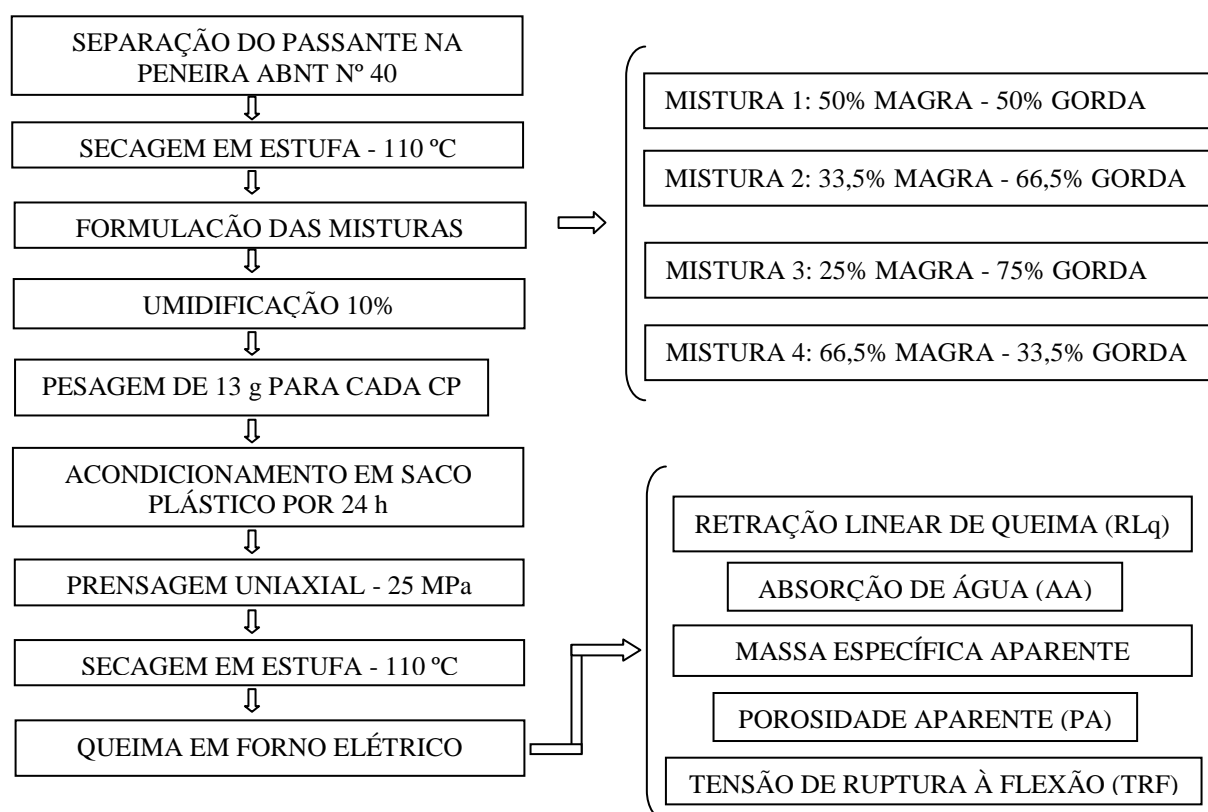
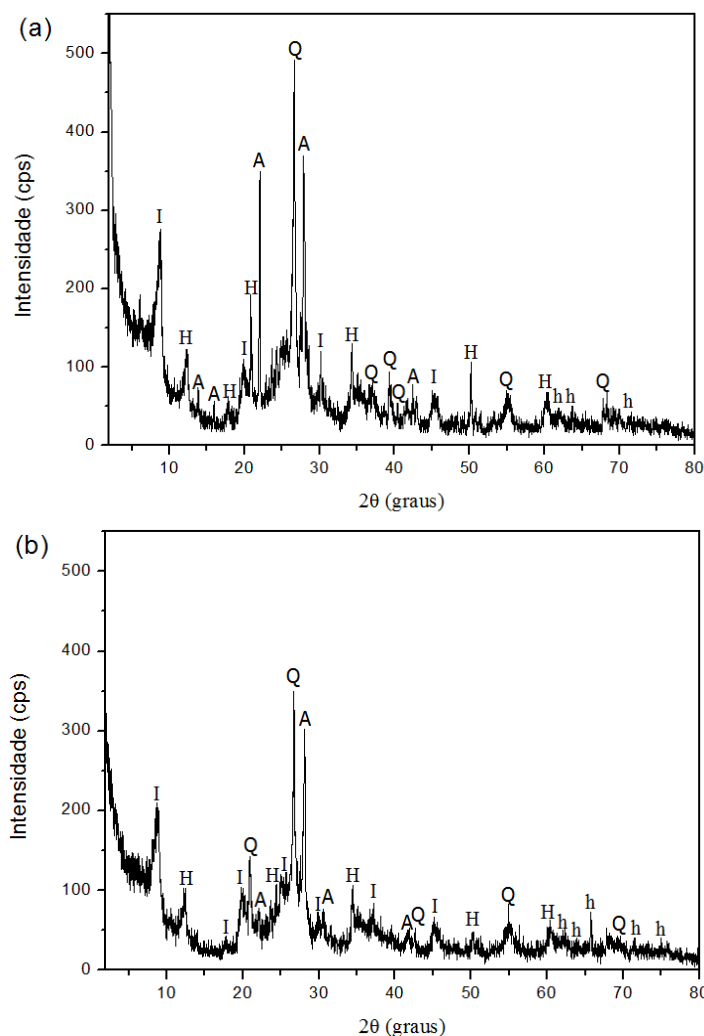


Figura 1. Fluxograma das etapas de processamento dos CPs e propriedades tecnológicas avaliadas.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises de difração de raios X das argilas em estudo são apresentados na Fig. (2). Ambas as amostras apresentaram ilita e haloisita como minerais argilosos, além de quartzo e anortita como minerais acessórios. Alguns picos de difração característicos da fase hematita também foram identificados em ambas as argilas.



**Figura 2. Difratogramas de raios-X das argilas: (a) argila plástica e (b) argila não-plástica. (I: ilita, H: haloisita, Q: quartzo, A: anortita e h: hematita)**

A Tabela (1) apresenta os resultados da análise química das argilas, em percentagem mássica dos respectivos óxidos, obtidas por fluorescência de raios X. O alto teor de  $\text{SiO}_2$  nas duas amostras é atribuído à presença de silicatos, principalmente os argilominerais, e ao quartzo livre. Outra importante informação observada é o elevado teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , que foi determinante para a coloração avermelhada das peças cerâmicas após a etapa de queima. Neste trabalho, como a temperatura de queima (850 a 1050 °C) é relativamente baixa para a produção de cerâmica de revestimento, grande parte do quartzo encontra-se inerte na massa, ou seja, não reage com outras fases, contribuindo para a diminuição da resistência mecânica das peças.

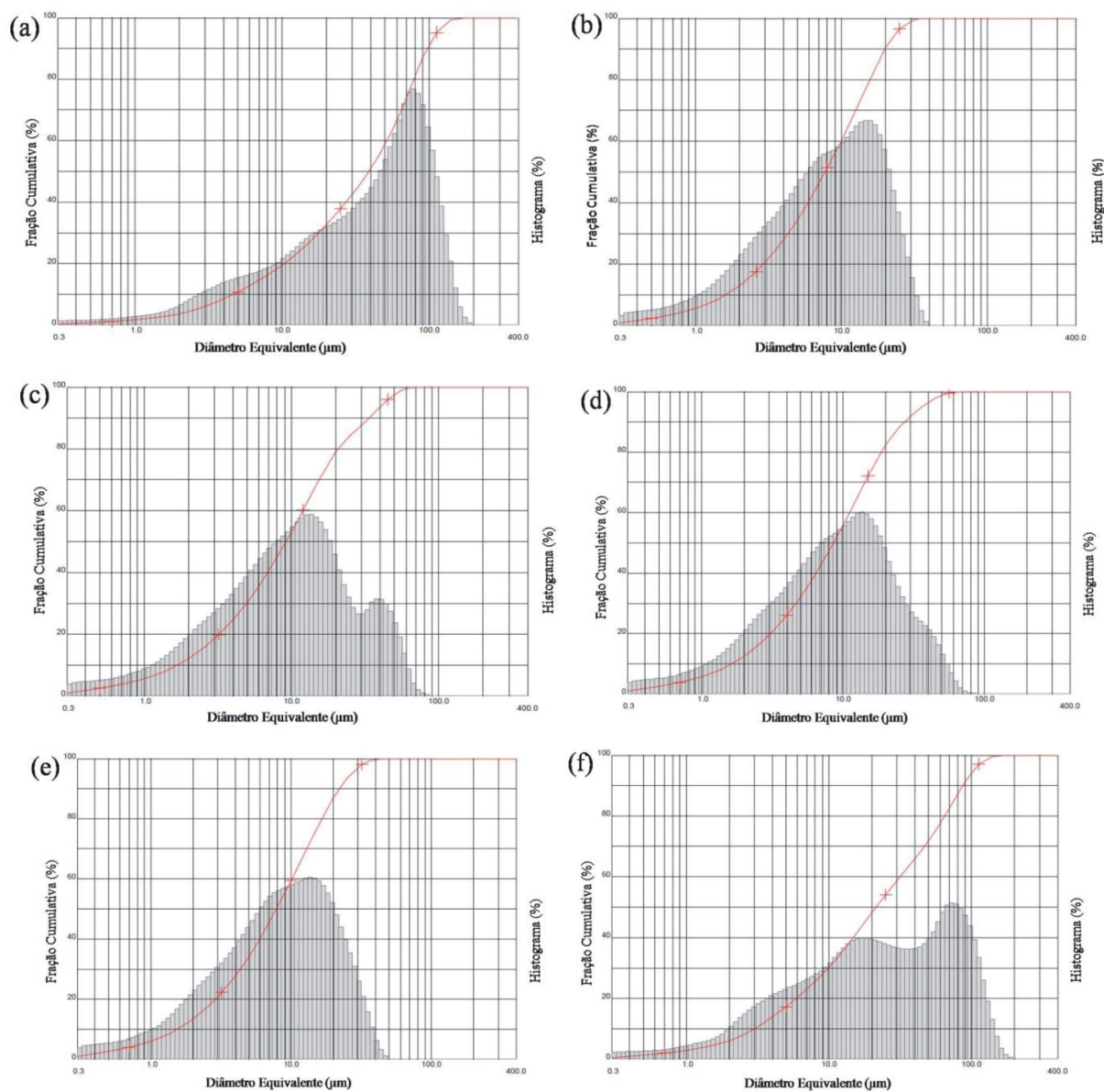
**Tabela 1. Análise química das argilas.**

Amostra	$\text{SiO}_2$	$\text{AlO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{MgO}$	$\text{CaO}$	$\text{TiO}_2$	$\text{Na}_2\text{O}$
Magra	47,82	23,86	13,70	5,85	2,68	2,44	1,76	1,07
Gorda	45,98	24,85	15,36	5,84	2,46	1,99	1,79	0,94

A avaliação dos Índices de Plasticidade (IP) permitiu classificar a argila plástica como altamente plástica (IP = 15,23%) e a argila magra como não-plástica.

Na Figura (3), é apresentado o perfil granulométrico cumulativo das argilas e das misturas formuladas. Nota-se que as argilas puras possuem distribuição monomodal de tamanho de partícula. A argila não-plástica além de apresentar

distribuição mais larga, também possui maior quantidade de partículas na faixa de 60 a 100  $\mu\text{m}$ . Por outro lado, a argila plástica apresenta uma faixa mais estreita de tamanho de partícula (8 a 20  $\mu\text{m}$ ), corroborando a sua maior plasticidade. A partir da análise das distribuições de tamanho de partícula das misturas, é possível observar que o aumento do percentual de argila não-plástica tende a aumentar a distribuição de tamanho de partícula, proporcionando uma mudança na distribuição de monomodal para bimodal.



**Figura 3. Perfis granulométricos: (a) argila não-plástica, (b) argila plástica, (c) mistura 1, (d) mistura 2, (e) mistura 3 e (f) mistura 4.**

Nas Figuras (4) e (5), são ilustrados, respectivamente, os resultados das análises termogravimétrica (TG/DTG) e térmica diferencial (ATD) das argilas em estudo. A argila não-plástica apresentou menor perda de massa em relação à plástica. Observou-se em ambas as argilas que na faixa de temperatura entre 100 e 200  $^{\circ}\text{C}$  ocorre perda de massa relacionada à perda de água livre e adsorvida. Entre 400 e 600  $^{\circ}\text{C}$  pode ser observada uma segunda perda de massa provavelmente atribuída à decomposição de compostos orgânicos. A perda de massa observada nestas duas faixas pode ser corroborada pela ATD. A alta intensidade do primeiro pico endotérmico, referente à eliminação de água fisicamente adsorvida, a aproximadamente 135  $^{\circ}\text{C}$  é característica de argilas que têm grande quantidade de ilita ou montmorilonita, confirmando o resultado de difração de raios-X obtido para a argila gorda. O evento endotérmico com máximo em torno de 566  $^{\circ}\text{C}$ , em ambas as argilas, indica a transformação do quarto alfa para beta, acompanhado de expansão volumétrica. O pico exotérmico em torno de 900  $^{\circ}\text{C}$  refere-se à nucleação da mulita primária.

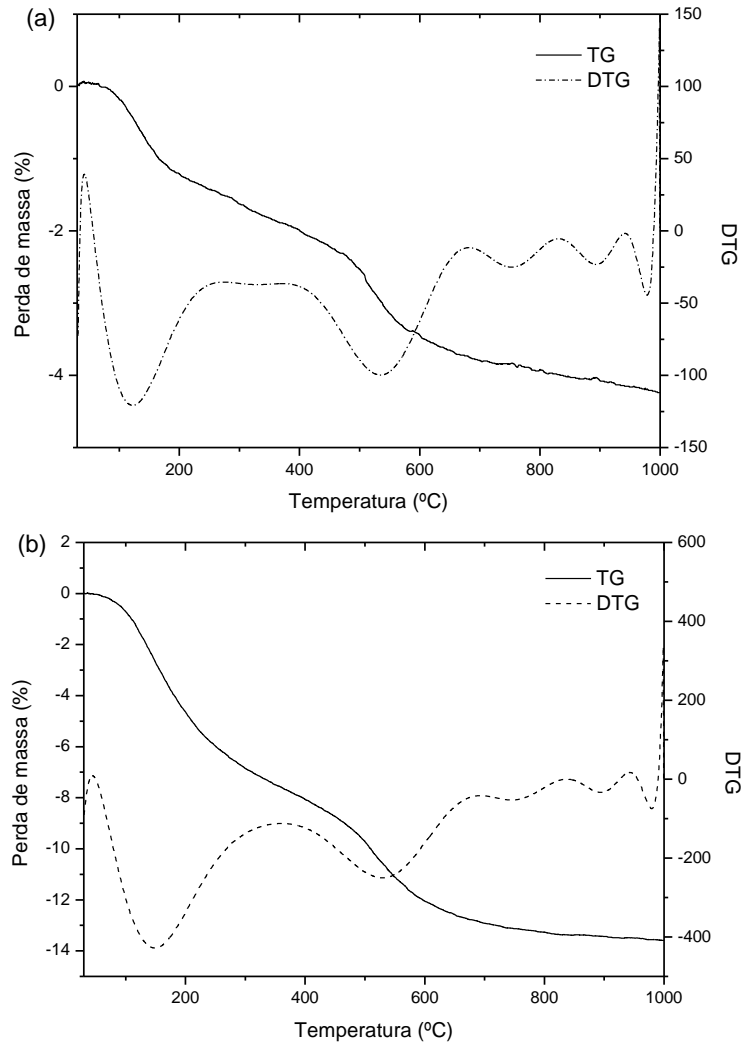


Figura 4. TG das argilas: (a) argila magra e (b) argila gorda.

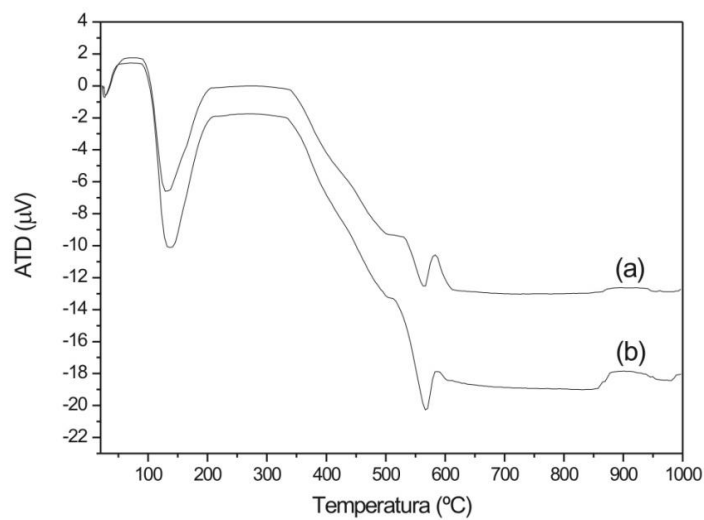


Figura 5. ATD das argilas: (a) argila não-plástica e (b) argila plástica.

A Figura (6) ilustra as curvas de gresificação para as misturas queimadas entre 850 e 1050 °C. Estes resultados indicam um aumento do processo de densificação a partir de 950 °C. Uma tendência geral observada é que o aumento de temperatura proporciona diminuição da absorção de água, como uma conseqüência da maior formação de fase

líquida a altas temperaturas, e aumento da retração linear. Os resultados indicam que a adição do teor da argila plástica na massa cerâmica proporciona aumento da retração linear das peças sinterizadas. Isto pode estar relacionado à diminuição da quantidade da fase anortita e do teor de quartzo. A anortita é um feldspato cálcico que contribui para intensificar a sinterização da cerâmica e reduzir a retração linear de queima. Os resultados obtidos de retração linear ( $< 4\%$ ) estão dentro da faixa apropriada para fabricação industrial de cerâmica vermelha e de revestimento. Este resultado é importante, uma vez que a obtenção de boa estabilidade dimensional dos corpos queimados resultará na redução do custo de produção. A análise dos resultados de absorção de água indica uma pequena diminuição desta propriedade com o aumento do teor de argila gorda, provavelmente devido à diminuição do nível de porosidade aberta das peças cerâmicas. Estes resultados também indicaram que não há restrições a nenhuma das misturas estudadas quanto à fabricação de tijolos, blocos cerâmicos ou telhas (absorção de água  $< 20\%$ ). Por outro lado, no tocante a aplicações em cerâmica de revestimento, apenas as misturas 1, 2 e 3 sinterizadas a  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  desenvolveram absorção de água típica de revestimento semi-poroso ( $6 < AA \leq 10\%$ , classe BIIb), de acordo com a NBR 13.818/1997: Placas Cerâmicas para Revestimento – Especificação e Métodos de Ensaio (descrição dos parâmetros dos ensaios). Segundo esta mesma norma a mistura 4 é classificada como revestimento poroso ( $AA > 10\%$ , classe BIII).

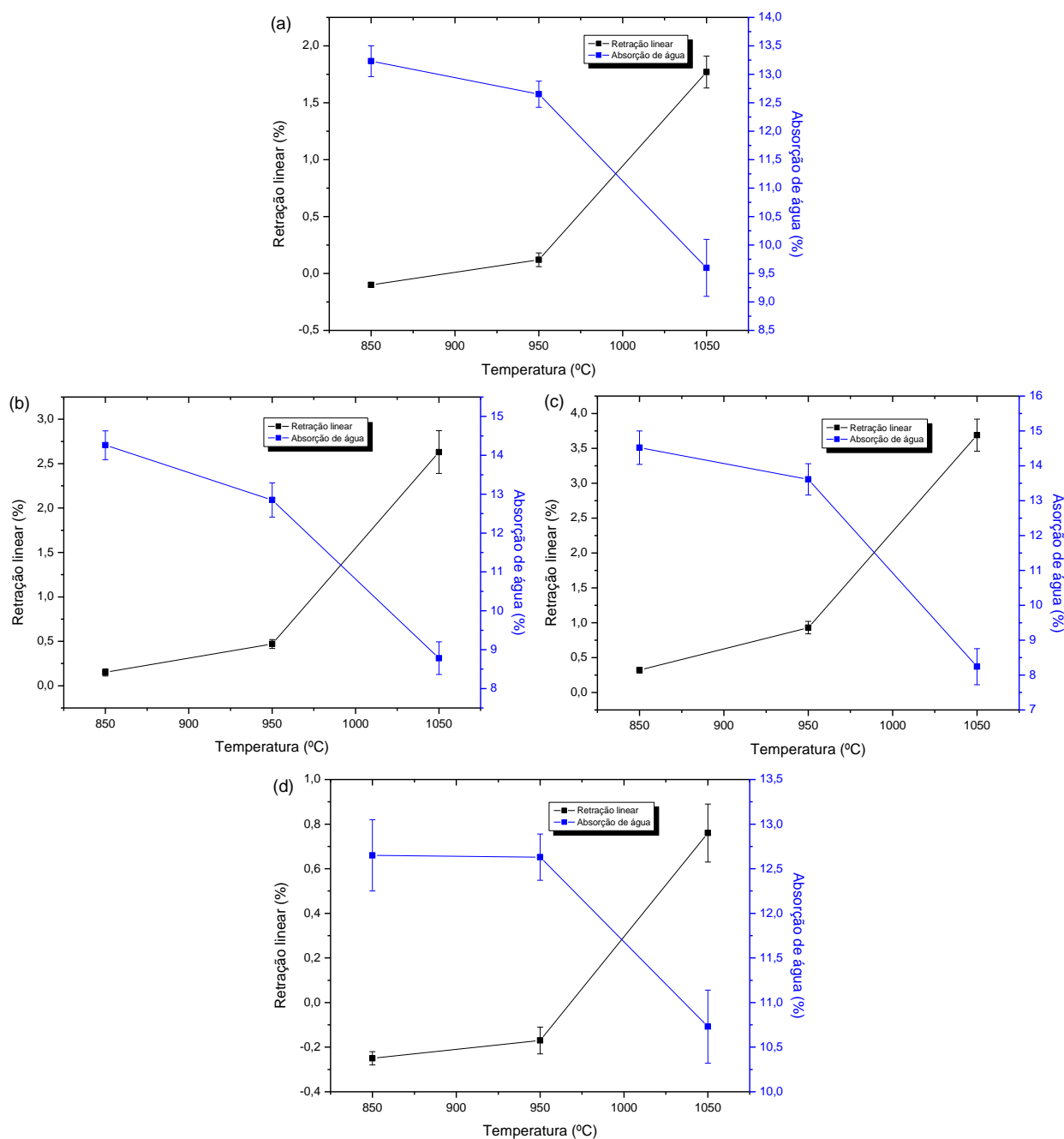


Figura 6. Curvas de gresificação para as misturas (a) 1, (b) 2, (c) 3 e (d) 4.

A porosidade aparente (PA) e a massa específica aparente (MEA) dos corpos cerâmicos queimados seguiram o mesmo comportamento da absorção de água e da retração linear de queima, respectivamente, como ilustrado nas Figs. (7) e (8). Uma menor dispersão dos valores de PA pode ser observada à temperatura de 950 °C, a esta temperatura o percentual volumétrico de porosidade aberta se manteve em torno de 25% para todas as misturas. O processo de densificação, caracterizado pelos valores de MEA, não mostrou variação significativa com a temperatura, apresentando um sensível aumento apenas a 1050 °C, provavelmente devido o fechamento parcial da porosidade aberta durante o processo de sinterização.

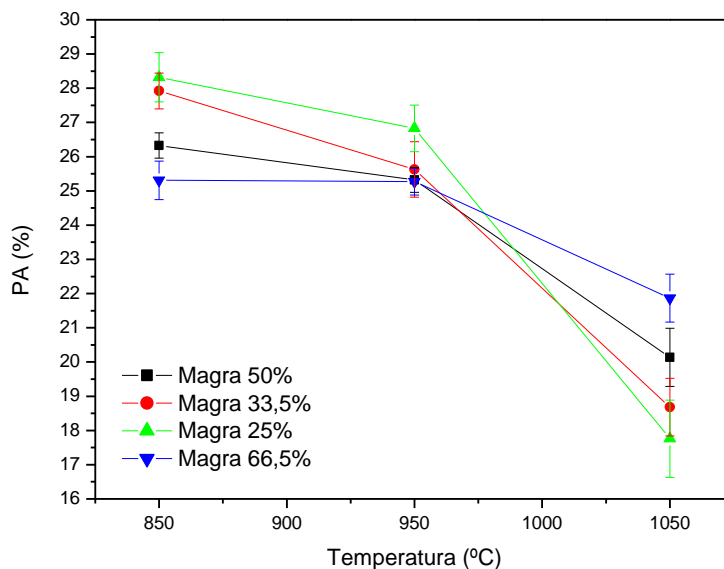


Figura 7. Porosidade aparente em função da temperatura.

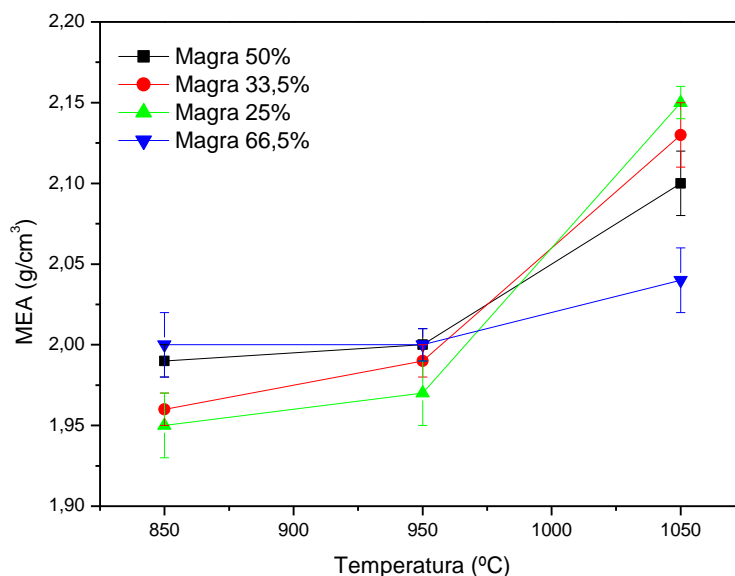


Figura 8. Massa específica aparente em função da temperatura.

A Figura (9) ilustra os resultados de tensão de ruptura a flexão (TRF) dos corpos cerâmicos queimados. Pode-se observar claramente que a adição da argila plástica aumenta a resistência mecânica em todo o intervalo de temperatura estudado. Desejando-se identificar peças com resistência mecânica e absorção de água que atendessem à norma para revestimento classificado como semi-poroso, não se realizou o ensaio de resistência a flexão na mistura 4, por esta ter apresentado AA superior a 10% na temperatura de 1050 °C. De acordo com a NBR 13.818/1997 apenas as misturas 2 e 3 sinterizadas a 1050 °C podem ser classificadas como revestimento poroso (TRF  $\geq$  12 MPa, classe BIII). É importante ressaltar que as placas cerâmicas classificadas como BIII, com absorção de água acima de 10%, são recomendadas para serem utilizadas como revestimento de parede (azulejo), justamente por possuírem alta absorção e, portanto, resistência mecânica reduzida.

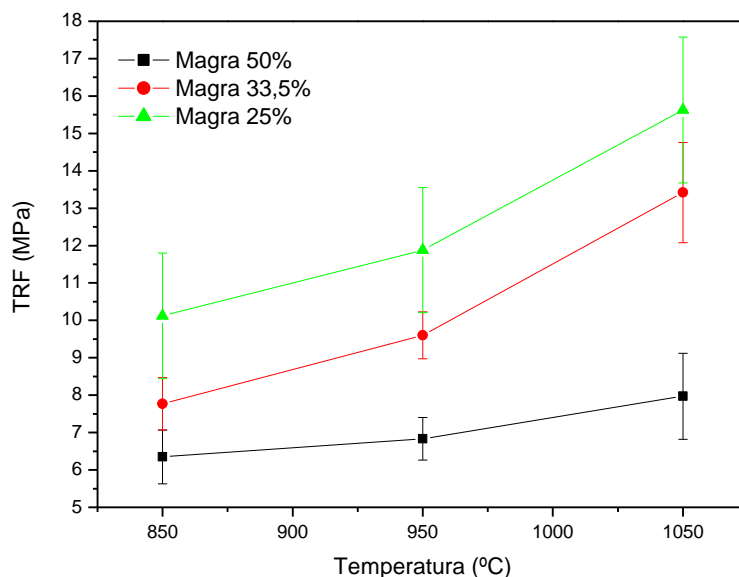


Figura 9. Tensão de ruptura à flexão em função da temperatura.

#### 4. CONCLUSÃO

As matérias-primas estudadas mostraram ter aplicação na indústria de cerâmica vermelha para revestimento. A análise dos resultados de difração de raios X combinados à fluorescência de raios X permitiu identificar as fases ilita, haloisita, quartzo, anortita e hematita em ambas as argilas. A perda de massa associada à desidratação e oxidação de matéria-orgânica ocorreu de forma mais acentuada na argila plástica. A distribuição de tamanho de partícula mostrou sensibilidade às proporções em massa nas misturas das argilas. Constatou-se uma tendência à formação de distribuição monomodal e estreita faixa de tamanho de partícula com o aumento do teor de argila plástica. A temperatura de queima influenciou diretamente as propriedades tecnológicas das misturas formuladas. Valores de absorção de água inferiores a 10% foram obtidos apenas a 1050 °C para as misturas 1, 2 e 3. Por outro lado, somente as amostras 2 e 3 apresentaram valores de TRF superiores a 12 MPa após queima a 1050 °C. A análise destas duas propriedades leva à conclusão de que a mistura 3 é a que melhor atende às especificações da NBR 13.818/1997, sendo indicada para fabricação de placas cerâmicas para revestimento poroso (BIII).

#### 5. REFERÊNCIAS

- Dutra, R.P.S. et al., 2008. "Avaliação da potencialidade de argilas do Rio Grande do Norte – Brasil. Parte II: propriedades tecnológicas", *Cerâmica Industrial*, Vol. 13, nº 1, pp. 47-50.
- Dutra, R.P.S. et al., 2006. "Avaliação da potencialidade de argilas do Rio Grande do Norte – Brasil", *Cerâmica Industrial*, Vol. 11, nº 2, pp. 42-46.
- Dutra, R.P.S. et al., 2006. "Desenvolvimento de formulações de massas para indústria de cerâmica vermelha do Rio Grande do Norte", *Cerâmica Industrial*, Vol. 11, nº 3, pp. 41-46.
- ABC – Associação Brasileira de Cerâmica. 03 Mar. 2010, <<http://www.abceram.org.br>>

#### 6. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.





**VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING**  
**18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil**  
**August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil**

## **STUDY OF FORMULATIONS FOR APPLICATION IN CERAMIC PLATES**

**Rogério César Almeida Pinto, roger\_materiais@gmail.com<sup>1</sup>**

**Jaciane Morais Carneiro, moraisa2802@gmail.com<sup>2</sup>**

**Jota Carlos Luz, jcfet\_carlos@yahoo.com.br<sup>3</sup>**

**Jean Carlos Silva Andrade, lp\_jeandrade@yahoo.com.br<sup>3</sup>**

**Daniel Araújo de Macedo, damaced@gmail.com<sup>3</sup>**

**Ricardo Peixoto Suassuna Dutra, ricardodutra@ct.ufpb.br<sup>4</sup>**

**Rubens Maribondo do Nascimento, rmaribondo@ufrnet.br<sup>1,2,3</sup>**

<sup>1</sup>Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica

<sup>2</sup>Curso de Graduação em Engenharia de Materiais

<sup>3</sup>Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Brasil

<sup>4</sup>Departamento de Engenharia de Materiais

Universidade Federal da Paraíba – UFPB, Brasil

**Abstract.** *The sector of civil construction is strongly related to the red ceramic industry. This sector uses the clay as raw material for manufacturing of various products, for example, ceramic plates. In this study, two types of clay were collected on deposit in the municipality of Ielmo Marinho (RN) and characterized by thermogravimetric analysis (TG/DTG), differential thermal analysis (DTA), X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF) and distribution of particle size. In the manufacture of ceramic plates by uniaxial pressing were made four mixtures of different proportions by weight. After firing at 850, 950 and 1050 ° C with a heating rate of 10 ° C/min and soaking time of 30 minutes, were determined the following technological properties: linear firing shrinkage, water absorption, porosity, density and tensile strength strength (3 points). The results indicate that the mixture containing 75% by weight of plastic clay, after firing at 1050 ° C, reaches the specifications for porous coating (BIII), according to NBR 13818/1997.*

**Keywords:** *ceramic formulations, characterization, ceramic plates.*