

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA**

**NATÁLIA MAIA SESMA**

**Estudo das propriedades de uma cerâmica vermelha sinterizada em diferentes  
temperaturas**

**Lorena**

**2014**

NATÁLIA MAIA SESMA

**Estudo das propriedades de uma cerâmica vermelha sinterizada em diferentes  
temperaturas**

**Trabalho de Graduação apresentado à  
Escola de Engenharia de Lorena da  
Universidade de São Paulo para obtenção  
do título de Engenheiro de Materiais.**

**Orientador: Prof. Dr. Sebastião Ribeiro**

**Lorena**

**2014**

**AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES TRABALHOS, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.**

**Ficha Catalográfica**

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais  
EEL USP

Sesma, Natália Maia

Estudo das propriedades de uma cerâmica vermelha sinterizada em diferentes temperaturas. / Natália Maia Sesma ; orientador Sebastião Ribeiro. --Lorena, 2014.

60f.: il.

Trabalho apresentado como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro de Materiais– Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Argila 2.Sinterização 3. Módulo de Elasticidade 4. Módulo de Ruptura à flexão I. Título.

CDU 669.018



## **AGRADECIMENTOS**

À minha família e amigos pelo apoio nos momentos difíceis.

À Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo por todas as oportunidades oferecidas, e a todos os funcionários da instituição pela atenção e dedicação para conclusão deste trabalho.

Ao professor Dr. Sebastião Ribeiro pela orientação para a construção desta monografia e pelos ensinamentos durante a graduação.



## RESUMO

Sesma, Natália Maia. **Estudo das propriedades de uma cerâmica vermelha sinterizada em diferentes temperaturas.** 2014. 60 f. Monografia (Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, Ano 2014.

As argilas podem apresentar uma grande variação em suas propriedades, dependendo da região de extração. As variações nas argilas podem ser observadas na composição química, nas fases presentes, na granulometria, entre outras, alterando o produto final. Devido às variações das características das argilas, é necessário um estudo cuidadoso do processamento a que esses materiais serão submetidos. Uma importante etapa do processamento desses materiais é a sinterização. É nessa etapa que o material consolida sua forma. Durante a sinterização ocorrem reações químicas, mudanças de fase e densificação do material, reduzindo a porosidade e aumentando a retração. Por esse motivo, o estudo de parâmetros de sinterização, como a temperatura, é essencial para se prever o comportamento do produto final. Neste sentido, o trabalho teve como objetivo a caracterização de um rejeito argiloso proveniente da mineração de areia de quartzo, para a aplicação em peças de cerâmica vermelha e, estudar o efeito da temperatura de sinterização nas propriedades finais dessas peças. Para a caracterização do rejeito argiloso, foram feitas análises químicas para determinar a composição, a análise de fases presentes no material e a análise granulométrica. Para avaliar o efeito da temperatura de sinterização, foram confeccionados corpos de prova idênticos e sinterizados em quatro diferentes temperaturas, 1100, 1200, 1300 e 1400°C, e avaliadas algumas propriedades tecnológicas como, porosidade, densidade e retração, além de propriedades mecânicas como módulo de elasticidade e módulo de ruptura em flexão. A microestrutura desses corpos de prova foram avaliadas por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X. Os resultados mostram um aumento das propriedades mecânicas com o aumento da temperatura de sinterização, tanto do módulo de elasticidade, quanto o módulo de ruptura. O aumento das propriedades mecânicas está de acordo com a melhora das propriedades tecnológicas apresentadas nos resultados.

Palavras-chave: Argila. Sinterização. Módulo de Elasticidade. Módulo de Ruptura à flexão.

## ABSTRACT

Sesma, Natália Maia. **Study of the properties of a red ceramic sintered in diferents temperatures.** 2014. 60 f. Monograph (Undergraduate Work in Materials Engineering) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

The clays may exhibit a wide variation in their properties, depending on the region of extraction. The clays may be variations in the chemical composition, the phases composition, in particle size, amongst other things, changing the final product. According to the variations of the characteristics of clays, a careful study of the processing that these materials will be submitted is required. An important step in the processing of these materials is sintering. It is at this stage that the material consolidates its shape. During the sintering process reactions take place, changes of phases and densification of the material, reducing porosity and increasing the retraction. For this reason, the study of the sintering parameters, such as temperature, it is essential to know the behavior of the final product. In this sense, the work aimed to characterize a clay waste from the mining of quartz sand, for use in pieces of red pottery, and study the effect of sintering temperature. To characterize the clay waste, chemical analyzes were made to determine their composition, analysis of phases composition in the material and particle size analysis. To evaluate the effect of sintering temperature were made identical specimens and fired at four different temperatures, 1100, 1200, 1300 and 1400 ° C, and evaluated some technological properties, porosity, density, shrinkage, and mechanical properties such as modulus and flexural modulus. The microstructure of these specimens were evaluated by optical microscopy, electron microscopy and X-ray diffraction. The results show an increase in mechanical properties with increasing sintering temperature, both the modulus of elasticity and the modulus of rupture. The increase in mechanical properties is in accordance with the improved of technological properties presented in the results.

Keywords: Clay. Sintering. Elastic Modulus. Flexural Modulus.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema da distância interplanar basal dos principais argilominerais .....	26
Figura 2. Curva de Gresificação para uma massa cerâmica ideal. ....	29
Figura 3. Esquema do ensaio de flexão em três pontos .....	32
Figura 4. Fluxograma das etapas de confecção dos corpos de prova. ....	37
Figura 5. Prensa hidráulica e Matriz .....	38
Figura 6. Ciclos de sinterização de cada conjunto de corpos de prova.....	39
Figura 7. Retificadora modelo Ferdimat TA42. ....	39
Figura 8. Equipamento usado para medir o módulo de elasticidade dos corpos de prova. ....	41
Figura 9. a) Máquina usada no ensaio de flexão. b) Detalhe do deflectômetro usado. ....	42
Figura 10. Difratoograma do rejeito argiloso .....	44
Figura 11. Corpos de prova após a sinterização nas temperaturas de 1100°C, 1200°C, 1300°C e 1400°C.....	46
Figura 12. Superfície da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C. ....	47
Figura 13. Curva de Gresificação da argila sinterizada em diferentes temperaturas.....	49
Figura 14. Diagrama de Weibull para corpos de prova sinterizados nas temperaturas $T_s=1200^\circ\text{C}$ , $T_s=1300^\circ\text{C}$ e $T_s=1400^\circ\text{C}$ .....	52
Figura 15. Difratoogramas de raios X identificando as fases presentes nas amostras sinterizadas nas temperaturas de 1100°C, 1200°C, 1300°C e 1400°C. ....	55
Figura 16. Microscopia óptica da superfície não retificada, das amostras sinterizadas nas temperaturas de 1100°C, 1200°C, 1300°C e 1400°C. ....	56
Figura 17. Microscopia óptica das amostras sinterizadas nas temperaturas de 1200°C, 1300°C e 1400°C após a retificação. ....	57
Figura 18. Micrografias das superfícies de fratura das amostras sinterizadas nas temperaturas de 1100°C, 1200°C, 1300°C e 1400°C obtidas por MEV no modo de elétrons secundários. .	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Principais componentes da argila e suas propriedades. ....	24
Tabela 2. Peneiras usadas para a análise granulométrica da argila. ....	36
Tabela 3. Composição química da argila (% em peso) por fluorescência de raios X. ....	43
Tabela 4. Distribuição granulométrica (% em massa) de argila residual. ....	45
Tabela 5. Resultados de massa específica aparente, absorção de água e porosidade aparente para os corpos de prova sinterizados nas temperaturas de 1100, 1200, 1300 e 1400°C. ....	48
Tabela 6. Resultados da densidade aparente e retração linear de queima para cada temperatura de sinterização. ....	48
Tabela 7. Resultados de módulo de elasticidade para cada temperatura de sinterização. ....	50
Tabela 8. Resultado do módulo de ruptura em flexão para cada temperatura de sinterização. ....	51
Tabela 9. Resultado do módulo de Weibull, m, para as temperaturas de 1200, 1300 e 1400°C. ....	52



## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	17
1.1	Objetivo .....	19
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	20
2.1	Cerâmica vermelha .....	20
2.2	Argilas .....	20
2.2.1	Propriedades de argilas .....	21
2.2.2	Propriedades da argila após a queima .....	27
2.3	Propriedades mecânicas .....	30
2.3.1	Módulo de elasticidade .....	30
2.3.2	Módulo de ruptura .....	31
2.4	Análise estatística do módulo de ruptura .....	32
2.4.1	Estatística de Weibull .....	33
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	35
3.1	Materiais .....	35
3.2	Caracterização da matéria-prima .....	35
3.2.1	Análise granulométrica .....	35
3.2.2	Difratometria de raios X .....	36
3.2.3	Fluorescência de raios X .....	36
3.3	Técnicas de preparação das amostras .....	37
3.3.1	Compactação .....	37
3.3.2	Sinterização .....	38
3.3.3	Retificação .....	39
3.4	Caracterização dos corpos de prova após a sinterização .....	40
3.4.1	Densidade aparente a seco .....	40
3.4.2	Retração linear de queima .....	40
3.4.3	Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente .....	40
3.4.4	Ensaio para a determinação do módulo de elasticidade .....	41
3.4.5	Resistência à flexão em 3 pontos .....	41
3.4.6	Análise da microestrutura .....	42
3.4.7	Análise das fases .....	42
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	43
4.1	Resultados da caracterização da matéria-prima .....	43

4.1.1	Composição química.....	43
4.1.2	Composição mineralógica .....	43
4.1.3	Análise granulométrica .....	44
4.2	Resultados das propriedades das amostras após a sinterização .....	45
4.2.1	Porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente .....	47
4.2.2	Retração linear de queima .....	48
4.2.3	Curva de Gresificação.....	49
4.2.4	Módulo de elasticidade .....	50
4.2.5	Módulo de ruptura em flexão .....	51
4.2.6	Análise das fases.....	53
4.2.7	Análise da microestrutura .....	55
CONCLUSÃO.....		60
REFERÊNCIAS .....		61

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas vermelhas possuem como característica sua cor vermelha e são muito utilizadas na fabricação de produtos cerâmicos como telhas, tijolos, blocos, etc. Elas podem ser classificadas de acordo com a natureza de sua matéria-prima, se enquadrando dentro das cerâmicas tradicionais de base argilosa, constituída basicamente de argilominerais, quartzo e matéria orgânica. As argilas em geral são materiais muito heterogêneos e suas características podem variar de acordo com sua formação geológica e localização de extração [1] [2].

Como as propriedades do produto final estão relacionadas às características (granulometria, plasticidade, composição, entre outros) da argila utilizada, torna-se extremamente importante e indispensável para os processos industriais a caracterização completa da matéria-prima, principalmente devido a diferença existente nas características da argila de acordo com a região de extração. O entendimento das características físicas, químicas e mecânicas dos materiais argilosos, facilita a determinação das formulações e condições de processamento mais adequado visando à obtenção de produtos com as propriedades finais desejadas, tornando essa etapa, uma das mais importantes do processamento, sendo essencial para obtenção de produtos de alta qualidade. Isso possibilita maior flexibilidade ao fabricante, redução de custos de produção e aumento no valor agregado de seu produto [2].

A massa cerâmica utilizada na obtenção desses produtos pode conter uma plasticidade e fusibilidade que propiciam uma melhor processabilidade e resistência mecânica durante a sinterização. No entanto, a granulometria característica das cerâmicas vermelhas, por ser muito fina, dificulta o processamento, tornando necessária a adição de outras argilas ou materiais não plásticos a fim de obter uma distribuição granulométrica adequada ao processamento, favorecendo a redução de custos [3]. A maior parte dos produtos obtidos apresentam uma alta porosidade aberta, com pequenas quantidades de fase vítrea, devido à baixa temperatura de queima, no entanto, ainda assim possui a resiliência mecânica necessária para o uso a que são propostos [1].

Dentro das etapas de processamento dessas cerâmicas, a principal rota tecnológica de fabricação é a sinterização, etapa responsável pela consolidação do formato da peça definido na etapa de conformação do pó. Nessa etapa há uma grande dependência com a matéria-prima utilizada, que de acordo com o seu comportamento frente à ação do calor,

pode influenciar na tipologia do produto, suas características técnicas, e nas variáveis de sinterização, como temperatura máxima de sinterização e ciclo de queima [4].

A queima de argilas é um processo que envolve diversas transformações físicas e químicas até se obter a consolidação do produto com as propriedades mecânicas necessárias. Isso se deve às diversas transformações que ocorrem nessa etapa, como por exemplo, a interação entre os minerais, que podem ser influenciados pela atmosfera do forno, temperatura máxima e taxa de aquecimento. Além disso, pode ocorrer mudanças de fases, decomposição de hidróxidos e carbonatos, oxidação de matéria orgânica e formação de fase líquida. A temperatura de queima pode permitir que as transformações ocorram, porém o tempo de queima irá permitir o equilíbrio termodinâmico dessas transformações [4] [5].

Na queima, para que tenha uma melhora no setor de revestimento, se faz necessária uma modificação de processo e a principal mudança deve ser a redução de tempo de sinterização e seus ciclos, aumentando assim a produtividade e contribuindo para inovações nesse setor cerâmico. Outro fator importante de controle de qualidade do processo é a temperatura, e conseqüentemente, a verificação das propriedades como porosidade e dimensões da peça, observando se com as mudanças de processo, haverá grandes variações dessas características. O aumento da temperatura de sinterização fornece a energia necessária para que as reações ocorram e o tempo de sinterização permite que essas reações atinjam um equilíbrio de acordo com as leis da termodinâmica, portanto a combinação desses fatores (tempo e temperatura) de queima é o que estabelece o grau de transformação sofrido por uma cerâmica [4].

Dessa forma, devido à grande importância do ciclo de sinterização e as variações de temperatura de processamento para a obtenção de uma cerâmica vermelha de alta qualidade, o estudo caracterizou um rejeito argiloso submetido a quatro diferentes temperaturas de queima e mostrou, por meio de avaliações de análises tecnológicas, que há influência do aumento da temperatura nas características finais da cerâmica, provocando um significativo aumento de carga de ruptura à flexão e módulo de elasticidade, devido às alterações microestruturais.

## **1.1 Objetivo**

Este estudo visou a avaliação das propriedades tecnológicas e mecânicas de uma cerâmica vermelha produzida a partir de um rejeito argiloso proveniente de uma mineração de quartzo, sinterizado nas temperaturas de 1100, 1200, 1300 e 1400°C.



## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 Cerâmica vermelha**

A indústria da cerâmica vermelha é um mercado constituído de microempresas familiares de técnicas artesanais e de empresas de pequeno a médio porte que utilizam processos tradicionais. Os principais produtos dessa indústria são tijolos, blocos de vedação e estruturais, telhas naturais, elementos de enchimento, tubos, pisos e outros materiais que compõem mais de 90% das alvenarias construídas no País.

No desenvolvimento de cerâmicas vermelhas, uma única matéria-prima dificilmente será capaz de fornecer sozinha a melhor estrutura e garantir a qualidade desejada a uma massa cerâmica. Dessa forma, o conhecimento das características de composição das matérias primas, possibilita estabelecer a proporção das mesmas para a preparação da massa. Ainda assim, duas massas cerâmicas com a mesma composição podem se comportar de formas diferentes de acordo com o processamento realizado, tornando-se essencial a sua caracterização tecnológica para a avaliação do seu comportamento e poder analisar se ela é ideal para a fabricação de um produto cerâmico específico [6].

### **2.2 Argilas**

A argila é um material natural, terroso, de granulação fina, que pode adquirir certa plasticidade quando umedecido com água, e são formadas, na sua maioria de argilominerais. Os argilominerais são partículas cristalinas extremamente pequenas de silicatos hidratados de alumínio ou magnésio, podendo conter ferro, potássio e outros. Uma argila pode ser composta por partículas de um argilomineral ou mais argilominerais. Os argilominerais são responsáveis por algumas características importantes da argila, como retração linear de queima, compactação, resistência mecânica a úmido e plasticidade. Além dos argilominerais, a argila pode conter minerais, como quartzo, pirita, mica, calcita, dolomita, entre outros minerais [7].

Os principais grupos de argilominerais são: caulinita, ilita e esmectitas. A principal diferença entre os argilominerais é o tipo de estrutura e as substituições que podem ocorrer dentro da estrutura cristalina.

As argilas são materiais muito heterogêneos com uma larga variedade de propriedades, dependendo da sua formação geológica e a localização da extração [2] [8]. Devido à abundância dessa matéria-prima e a sua grande variação de propriedades, ela é usada em diversos setores além da indústria de cerâmica vermelha, como por exemplo, na agricultura, na petroquímica, na indústria farmacêutica, na indústrias de tintas e vernizes, entre tantos outros [9].

### **2.2.1 Propriedades de argilas**

Existe uma grande dificuldade em caracterizar materiais cerâmicos a base de argila, isso porque existe uma grande variabilidade de suas propriedades. Desse modo, os próximos itens serão destinados à algumas das propriedades das argilas, assim como as técnicas usadas para a sua caracterização.

#### **2.2.1.1 Tamanho das partículas**

Todo pó usado para produção de peças cerâmicas tem uma distribuição de tamanho de partículas. Essa distribuição pode variar muito, podendo ser estreita, quando o tamanho das partículas tem uma pequena variação, ou pode ser uma distribuição larga, quando a variação do tamanho das partículas é grande. O conhecimento da distribuição do tamanho de partículas é importante, pois poderá influenciar na plasticidade, módulo de ruptura à flexão, capacidade de troca de elétrons, na porosidade, entre outros fatores [10] [11].

Para definir o tamanho das partículas, é admitido que a partícula seja esférica, mesmo que, na maioria dos casos, isso não seja verdadeiro. As partículas, em geral, tem a forma irregular, entretanto, não considerando essa aproximação, a medida se torna impraticável. Pode-se criar um fator de correção no caso da partícula apresentar a forma muito distante de uma esfera.

Para as argilas, é comum que na distribuição do tamanho das partículas, pouca ou nenhuma partícula tenha o tamanho menor que 0,001 mm. A fração com tamanhos menores são as partículas mais ativas, isso ocorre pelo aumento da área específica [11].

Existem alguns métodos para caracterizar os tamanhos das partículas, como por exemplo, microscopia óptica e eletrônica, difratometria de raios X, sedimentação das partículas em água e por meio de conjunto de peneiras.

A técnica de caracterização dos tamanhos das partículas feita por microscopia, tanto óptica quanto eletrônica, fornecem valores absolutos dos tamanhos das partículas, porém, para uma análise completa é necessário a análise em uma grande quantidade de partículas, o que torna a técnica improdutiva. Já a análise de difratometria de raios X é indicada para partículas com tamanho menor que 0,001 mm. A largura dos picos gerados na difratometria de raios X pode dar a medida do tamanho da partícula, porém nesse resultado pode haver alguma diferença de partícula compostas por um único cristal, policristalina ou aglomerados [10] [11].

Um método com uma boa precisão para análise do tamanho das partículas maiores que 0,001 mm, é a sedimentação de partículas na água. Nessa análise, a velocidade de sedimentação da partícula na água é medida e, pela lei de Stokes, se tem o tamanho da partícula. Para partículas menores, que 0,001 mm, a velocidade de sedimentação é tão lenta, que o método aumenta muito o erro dos resultados [11].

Uma análise simples para medir o tamanho das partículas é por peneiramento. Nesse método o pó é dividido em frações que passam pela peneira ou ficam retidos nela. São utilizadas peneiras construídas com arame e identificadas pelo tamanho da malha ou pelo tamanho da abertura correspondente. A nomenclatura da malha equivale ao número de aberturas em cada polegada. Sendo assim, uma malha 100, tem 100 aberturas a cada 1 polegada, gerando assim uma abertura de 0,15 mm [10].

Na análise, as peneiras são colocadas uma sobre a outra, de maneira que fiquem organizadas da peneira com maior abertura para a de menor abertura, na parte inferior. Para esse método, deve ser promovida uma agitação mecânica no conjunto de peneiras com o material que se deseja analisar. Desse modo, todo o material que for menor que a abertura da peneira irá passar. Em alguns casos, esse processo é feito via úmido, para facilitar a passagem das partículas.

### 2.2.1.2 Forma das partículas

O formato dos pós cerâmicos podem influenciar nas propriedades da argila, bem como no processo de formação do produto final, como por exemplo na etapa de prensagem.

No caso das argilas, o formato da partícula pode ser lamelar, colunar, em blocos ou esferoidal. Para as argilas caulínicas, é comum se apresentarem em uma estrutura lamelar com contornos hexagonais. Normalmente, tem uma espessura de aproximadamente 8 a 10% da largura da partícula, mas uma pequena variação dimensional pode alterar significativamente sua área superficial [7] [11].

A forma de uma partícula é, normalmente, descrita pelo fator de forma. O fator de forma é definido como a razão entre a área superficial da partícula e a área superficial de uma partícula com o mesmo volume de uma partícula esférica.

Para se obter o formato das partículas, podem ser usadas a microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão. Porém, como as análises são trabalhosas e pode não representar uma quantidade expressiva de partículas, normalmente é considerado o formato das partículas como esféricas ou equiaxiais [10].

### 2.2.1.3 Capacidade de troca de cátions

As argilas têm uma propriedade particular que possibilita a troca de cátions dos argilominerais e matéria orgânica. Isso ocorre pela capacidade das partículas em adsorver cátions na superfície.

A substituição de íons em uma estrutura cristalina equilibrada ocorre mesmo que essa troca dos íons seja com alguma diferença de carga. Desse modo, a partícula adsorve cátions em sua superfície, mantendo a estrutura novamente equilibrada. Além da adsorção de cátions necessária pela troca de íons, as partículas da argila também podem adsorver cátions no caso de ligações atômicas quebradas, como pode ocorrer na caulinita.

Um dos métodos para se medir a capacidade de troca de cátions é saturar as partículas da argila com cátion amônio por tratamento com solução saturada de acetato

de amônio e determinar quimicamente o número de miliequivalentes de amônio adsorvido por 100 g de argila [11].

#### 2.2.1.4 Composição química

Como já foi dito, a composição química de uma argila pode variar muito dependendo da região de extração, com isso, a análise de composição química é imprescindível para entender o comportamento do material. A composição mineralógica de uma argila pode ser muito complexa, impossibilitando o entendimento completo apenas com a composição química, mas juntamente com outras técnicas, como a difração de raios X para a análise das fases, torna-se mais fácil a compreensão da composição do material.

Seguem na Tabela 1, os principais componentes de uma argila e suas propriedades.

Tabela 1. Principais componentes da argila e suas propriedades. Adaptado de [12] [13].

Componentes	Propriedades
Sílica livre	Diminui a retração durante os processos de sazonalidade e queima; reduz a plasticidade da argila.
Alumina	Propicia estabilidade dimensional em temperaturas elevadas
Óxido de Ferro	Junto com o argilomineral caulinita, é responsável pela cor vermelha; reduz a propriedade refratária.
Carbonato e sulfato de cálcio e magnésio	Resultam em expansão volumétrica; agem como fundentes.
Álcalis	Baixam o ponto de fusão e reduzem a porosidade, o teor de álcalis é da ordem de 10%.
Cálcio	Age como fundente
Silicatos e Fosfatos	São fundentes, alguns aumentam a resistência de cerâmica.
Sais solúveis	Provocam a eflorescência no material cerâmico
Matéria orgânica	Resulta em retração, fissuras durante os processos de sazonalidade e queima e diferenças de coloração em um mesmo componente cerâmico.

### 2.2.1.5 Fases presentes na matéria-prima

A identificação das fases presentes em uma argila requer uma análise detalhada. Isso porque uma argila pode conter diversos argilominerais com estruturas muito complexas, o que dificulta a identificação individual de cada fase.

Dentre os argilominerais, o mais facilmente encontrado nas argilas é a caulinita. Sua composição básica é  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  e sua estrutura cristalina é constituída pela existência de camadas formadas pela alternância de uma “folha” tetraédrica de átomos de silício e oxigênio e uma “folha” octaédrica de átomos de alumínio e hidroxilas. As argilas com predominância desse argilomineral possuem característica mais refratária [7].

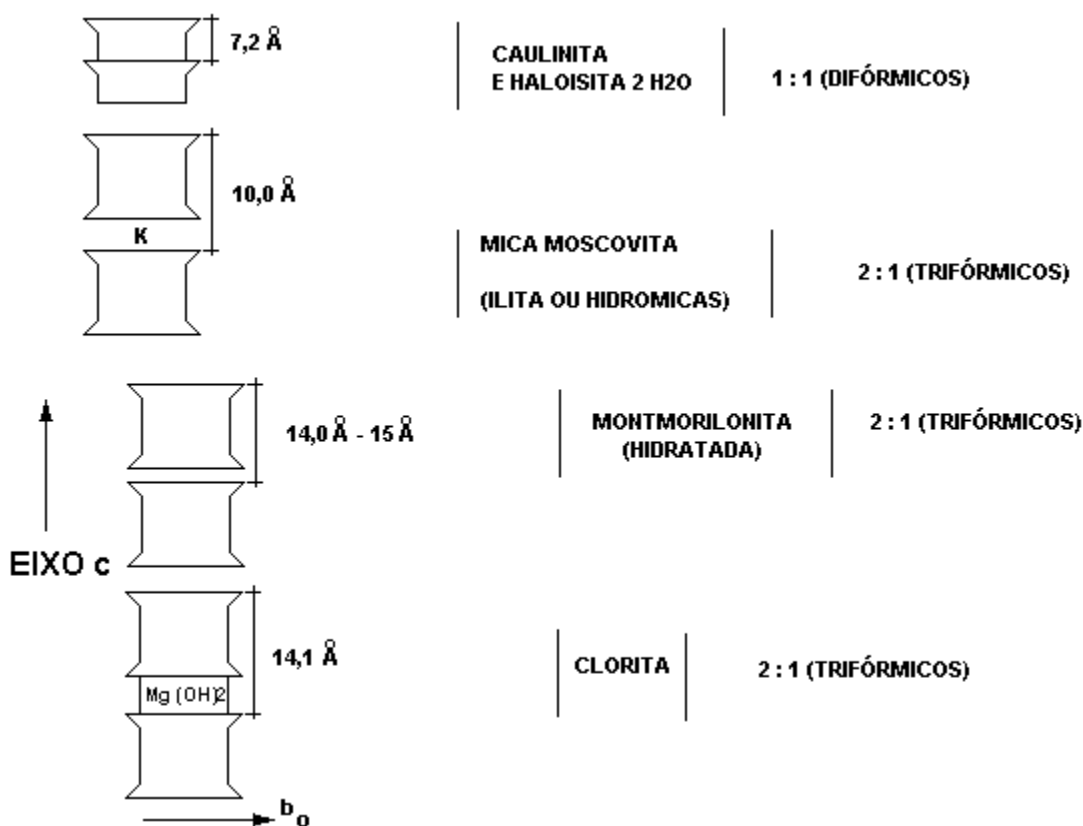
O grupo das ilitas apresenta estrutura cristalina em que as camadas são constituídas por três folhas, sendo uma central di-octaédrica ou tri-octaédrica de alumínio e hidroxilas ligadas a duas folhas tetraédricas de silício e oxigênio, tendo entre as camadas cátions de potássio adsorvidos. Sua composição química exata se torna difícil por apresentarem sempre contaminação por impurezas de difícil eliminação. Dentre suas características, devido à presença de potássio em sua estrutura, esse grupo de argilominerais apresenta uma boa resistência após sinterizado [7].

Já o grupo da esmectitas, possui fórmula geral  $(\text{OH})_2(\text{Al, Mg, Fe})_2(\text{Si}_2\text{O}_5)_2$ . Esse grupo tem como constituinte dominante a sílica e o alumínio. Sua estrutura química é constituída de duas camadas de tetraedros de silicato ( $\text{SiO}_4$ ) com uma folha central de octaedros de alumínio, unidas entre si por oxigênio comuns às camadas. As montmorilonitas, principal mineral desse grupo, possuem como características: partículas extremamente finas, alta plasticidade, uma elevada capacidade para absorção de água entre as camadas, e devido a isso, apresentam uma forte tendência a formar trincas na secagem [7].

A sílica é um mineral cuja composição química contém somente silício na forma de óxido, pode se apresentar em três estruturas cristalinas, quartzo, tridimita e cristobalita, onde a mais comumente encontrada é o quartzo. Sua estrutura atômica é constituída de um retículo tridimensional de tetraedros de  $\text{SiO}_2$  em uma estrutura compacta [11] [14]. As argilas que contém um alto teor de  $\text{SiO}_2$  apresentam uma baixa plasticidade e, por ser uma fase mecânica e quimicamente mais resistente, reduzirá a resistência mecânica do material, aumentando sua fragilidade [15].

Durante o processo de queima, os argilominerais podem sofrer reações, alterando suas propriedades. Um exemplo de reação com o aumento da temperatura é a reação da caulinita para a formação da mulita. Primeiramente a caulinita sofre uma mudança para metacaulinita, em aproximadamente 550°C, alterando sua estrutura de  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  para  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ . A mulita primária  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  se formará na temperatura de, aproximadamente, 950°C até 1100°C. Ela se forma em pequenos cristais lamelares. Em 1200°C, temos o início da formação da mulita secundária  $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ . Essa fase da mulita secundária se forma em cristais prismáticos. A mulita secundária se forma em uma estrutura ortorrômbica e sua quantidade formada após a queima irá depender da ordenação da caulinita [14].

Uma técnica bastante utilizada para a identificação de fases é a difratometria de raios X. Nessa análise a identificação das fases se dá pelo valor da distância interplanar basal do argilomineral. Na Figura 1 está esquematizada distâncias interplanares de alguns argilominerais [7].



**Figura 1** Esquema da distância interplanar basal dos principais argilominerais [7].

Há uma dificuldade em se descobrir as fases presentes em uma argila. Isso se dá por interferências, pela grande quantidade de fases que podem estar presentes ou pela baixa quantidade de um determinado constituinte. Por esse motivo, a caracterização de fases da argila deve ser feita juntamente com outras análises, por exemplo, com análises químicas, como composição química e determinação da capacidade de troca de cátions, análise térmica diferencial, microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X, entre outras. Desse modo, é possível ter uma maior precisão na análise.

## 2.2.2 Propriedades da argila após a queima

### 2.2.2.1 Porosidade

A porosidade é um parâmetro muito importante para materiais cerâmicos porque pode ser um indicativo do grau de sinterização do material. Isso porque determina a quantidade de poros presentes no material. Assim como a retração linear de queima, a porosidade é afetada diretamente pela temperatura e pelo tempo de exposição a ela. Esses fatores contribuem para cinética de sinterização, aumentando a densificação do material e reduzindo a porosidade [4].

A porosidade pode ser medida pelo volume de água necessário para ocupar os poros abertos do material. Com esse mesmo método, pode-se obter além da porosidade, a absorção de água e a massa específica aparente. Esses valores são obtidos pelas equações (2), (3) e (4).

$$V_a = \frac{M_u - M_i}{M_e} \quad (1)$$

$$MEA = \frac{M_s}{V_a} \quad (2)$$

$$AA = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (3)$$



$$PA = \frac{M_u - M_s}{M_e \times V_A} \times 100 \quad (4)$$

em que  $V_a$  ( $\text{cm}^3$ ) é o volume aparente,  $MEA$  ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) é a massa específica aparente,  $AA$  (%) é a absorção de água,  $PA$  (%) é porosidade aparente,  $M_u$  é a massa úmida,  $M_s$  é a massa seca,  $M_e$  é a massa específica da água e  $M_i$  é a massa imersa.

A absorção de água indica a capacidade que um material tem de absorver água, aumentando sua massa. Essa propriedade, assim como a porosidade, esta relacionada com a densificação do material e por isso é influenciada pelo grau de sinterização. Sendo a sinterização ligada diretamente com o tempo de queima e com a temperatura do forno, o aumento da temperatura de queima ou o aumento do tempo em que a peça sofre a ação de altas temperaturas, a absorção de água do material tenderá a diminuir.

#### 2.2.2.2 Retração linear de queima

A retração é uma variação das dimensões lineares, em porcentagem, de um corpo de prova que passou por um processo de queima. Essa retração ocorre devido ao processo de sinterização das peças cerâmicas. Nessa etapa do processo de fabricação das peças, há um aumento da densidade das partículas causada pela eliminação ou redução dos poros. Esse fenômeno é realizado mediante a um tratamento térmico ao qual as peças são submetidas.

A retração linear de queima está relacionada com a temperatura e o tempo de queima. Isso porque o aumento da densidade ocorre pela formação de fase líquida, assim como, por difusão de átomos no estado sólido, ambos os fenômenos termicamente ativados. Desse modo, a retração linear irá depender de alguns parâmetros importantes de queima, como temperatura máxima do forno e tempo de residência no forno [13].

Para obter a retração linear de queima de um material, é usada a equação (5):

$$R_l = \frac{L_s - L_q}{L_s} \times 100 \quad (5)$$

em que,  $L_s$  é o comprimento do material seco (antes da queima),  $L_q$  é o comprimento do material depois da queima.

#### 2.2.2.2.1 Curva de Gresificação

A curva de gresificação é um gráfico onde é plotado, simultaneamente, a variação da retração linear de queima e da absorção de água para diferentes temperaturas. A curva de gresificação é usada para acompanhar o processo de densificação de produtos cerâmicos, prever algumas características e contribuir com a classificação do material quanto ao seu uso [4] [16].

A curva de gresificação apresenta 3 regiões principais divididas pela característica das curvas. Essas regiões podem ser vistas na Figura 2.

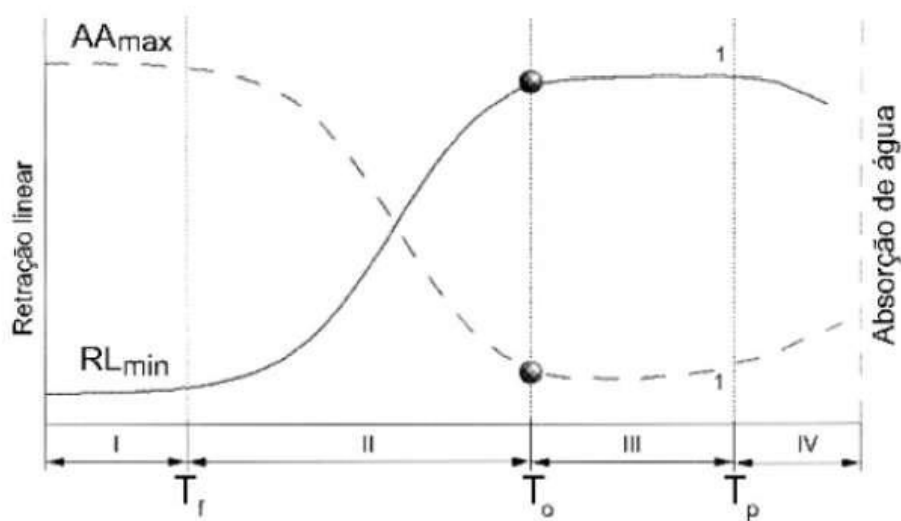


Figura 2. Curva de Gresificação para uma massa cerâmica ideal [16].

Na região I, o material cerâmico apresenta um alto valor de absorção de água e o menor valor de retração linear de queima. Esse estágio representa um grau de sinterização mais baixo, em que todas as transformações na estrutura do material ainda não ocorreram. Na região II ocorre uma redução significativa da absorção de água, e como é esperado, um aumento da retração linear de queima. Isso se deve a formação de líquido no material. No fim da região II,  $T_o$ , tem-se o ponto ótimo do processo de queima, onde o processo de sinterização chega ao final. Na região III ocorrem

problemas com de estabilidade dimensional no produto. Esses problemas são ocasionados pela liberação de gases [16].

## 2.3 Propriedades mecânicas

### 2.3.1 Módulo de elasticidade

Uma das principais propriedades mecânicas, juntamente com o Módulo de Ruptura, é o Módulo de Elasticidade ( $E$ ) ou, como também é chamado, Módulo de Young. Essa propriedade elástica é definida como sendo a tensão necessária para produzir uma deformação unitária ( $\epsilon$ ) e pode ser representada pela Lei de Hooke, que esta demonstrada pela equação (6), onde  $\sigma$  é a tensão,  $E$  é o módulo de elasticidade e  $\epsilon$  é a deformação [17] [18].

$$\sigma = E \times \epsilon \quad (6)$$

O módulo de elasticidade é propriedade decorrente da força das ligações interatômicas do material, por esse motivo, os materiais cerâmicos apresentam um valor elevado de módulo de elasticidade, em comparação com outros materiais [17].

Outra propriedade elástica dos materiais é o módulo de cisalhamento ( $G$ ). O módulo de cisalhamento é a relação entre tensão de cisalhamento  $\sigma_c$  e a deformação de cisalhamento  $\gamma$ . Essa relação é demonstrada na equação (7),

$$\sigma_c = G\gamma \quad (7)$$

onde  $\sigma_c$  é a tensão de cisalhamento,  $G$  é o módulo de cisalhamento e  $\gamma$  é a deformação de cisalhamento [17].

Os materiais cerâmicos, em geral, podem ser considerados isotrópicos, ou seja, apresentam as mesmas propriedades elásticas independente da orientação cristalográfica. Isso porque as cerâmicas são, em sua maioria, policristalinas e com uma orientação dos grãos aleatória, gerando assim, um módulo de elasticidade e de cisalhamento médio [17] [18] [19].

O módulo de elasticidade é relacionado com o módulo de cisalhamento por meio do coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) para materiais isotrópicos. Isso pode ser visto na equação (8).

$$E = 2G(1 + \nu) \quad (8)$$

O coeficiente de Poisson deve ser sempre inferior a 0,5, desse modo, o módulo de cisalhamento é, aproximadamente, 0,33 a 0,50% do módulo de elasticidade.

As propriedades elásticas dos materiais dependem das fases presentes e da forma e quantidade de poros no material. Para um material com mais de uma fase, o módulo de elasticidade será um valor intermediário das fases presentes. Por esse mesmo ponto de vista, os poros podem ser considerados como fases, cujo módulo de elasticidade é zero, por isso, o aumento dos poros reduz as propriedades elásticas dos materiais cerâmicos [17] [19].

Para a obtenção do módulo de elasticidade, pode-se optar por métodos dinâmicos ou estáticos. Devido a maior precisão da análise, o método dinâmico tem sido a melhor opção comparado com o método estático. Na análise estática, é gerado um diagrama de tensão x deformação a partir de uma carga aplicada no material, no caso das cerâmicas, carga de flexão ou compressão. Na região linear do diagrama, tem-se uma aproximação do módulo de elasticidade [18] [19].

Já os métodos dinâmicos, a análise pode ser feita por pulso ultra sônico ou por ressonância. Nessas análises, as tensões aplicadas no material são pequenas, mantendo o material no regime elástico [18] [19].

### 2.3.2 Módulo de ruptura

Considerando que os materiais cerâmicos são, em sua maioria, frágeis, a resistência mecânica destes materiais é ditada pela capacidade do material sofrer a aplicação de uma carga sem levá-lo a ruptura [17].

Para os materiais cerâmicos, o melhor ensaio para se conhecer o comportamento de tensão x deformação é o ensaio de flexão. Nesse ensaio, o corpo de prova é apoiado sobre dois roletes e o corpo de prova sofre uma força na parte superior, gerando uma tensão de compressão na parte superior e uma tensão de tração na parte inferior. O

esquema do ensaio de flexão pode ser observado na Figura 3. O ensaio também pode ser feito com 4 pontos, ou seja, a força aplicada feita na parte superior da amostra é feita em dois pontos de corpo de prova. [20]

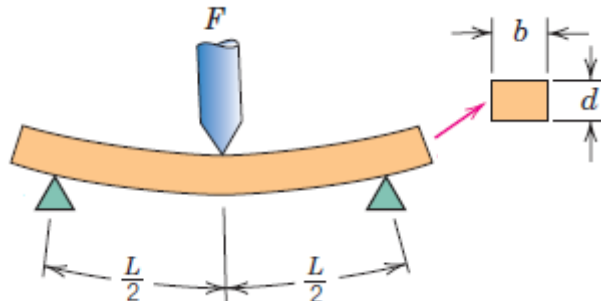


Figura 3. Esquema do ensaio de flexão em três pontos, em que F é a carga aplicada, L é a distância entre os roletes, b é a largura de amostra e d é a altura da amostra prismática. Adaptado de [4].

Para o cálculo do módulo de ruptura a partir do ensaio de flexão em 3 pontos e 4 pontos, são usadas as equações (9) e (10), respectivamente.

$$\sigma_f = \frac{3F_f L}{2bh^2} \quad (9)$$

$$\sigma_f = \frac{F_f L}{bh^2} \quad (10)$$

Nas equações (3) e (4),  $\sigma_f$  é o módulo de ruptura de flexão (MPa),  $F_f$  é a carga aplicada (N), L é a distância entre os roletes (mm), b é a largura do corpo de prova (mm) e h é a altura do corpo de prova (mm).

Sabe-se que os corpos cerâmicos se rompem principalmente por clivagem, não é esperado um rompimento de um material cerâmico apenas por compressão, pois desse modo, não é atingido valores máximos de tensão, uma vez que o espaçamento interatômico diminui [17].

## 2.4 Análise estatística do módulo de ruptura

Os materiais cerâmicos são frágeis e apresentam uma série de defeitos na sua microestrutura, desse modo, materiais confeccionados com a mesma matéria-prima e com o mesmo processo podem apresentar uma grande variação nas suas propriedades

como, por exemplo, o módulo de ruptura à flexão [21]. Um método para se obter quantitativamente a dispersão dos resultados é pela distribuição de Weibull.

#### 2.4.1 Estatística de Weibull

A resistência mecânica de um material depende de sua microestrutura. No caso dos materiais cerâmicos, em que a concentração de defeitos é maior que em outros materiais, a quantidade, o tamanho e a distribuição dos defeitos, como poros, irá afetar diretamente a resistência mecânica do material [22]. Por isso, valores individuais podem não representar o comportamento do material, sendo necessário uma distribuição estatística para esse tipo de análise. O módulo de Weibull,  $m$ , é um indicativo da reprodutibilidade da resistência mecânica do material, portanto quanto maior o valor de  $m$ , menor a dispersão do parâmetro de resistência mecânica do material [21] [23].

O valor do módulo de Weibull pode ser obtido pela equação (11), em que a probabilidade de sobrevivência de uma peça é relacionada com o esforço a que está submetida,

$$P_f(\sigma_R) = \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_R}{\sigma_0} \right)^m V_E \right] \quad (11)$$

em que  $P_f$  é a probabilidade de sobrevivência,  $\sigma_0$  é a constante de normalização (MPa),  $V_E$  é o volume equivalente ( $m^3$ ) e  $m$  é o módulo de Weibull (adimensional). Ao construir uma curva em que, no eixo das abscissas está o logaritmo neperiano da propriedade em estudo, e no eixo das ordenadas tem-se os resultados da equação (12),

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1-P_f} \right) \right] \quad (12)$$

em que  $P_f$  é a função de distribuição de posições, e é dado pela equação (13),

$$P_f(\sigma_i) = \frac{i-0,5}{N} \quad (13)$$

onde  $N$  é o número de amostras.

O módulo de Weibull será a inclinação da reta que melhor representa os pontos no gráfico. O módulo deve estar dentro do intervalo de 0,5 e 15 para corpos de cerâmica vermelha [23].

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1 Materiais**

Para esse trabalho foi utilizado o rejeito argiloso fornecido pela Mineração e Moagem São João Batista, localizada na cidade de Queluz no estado de São Paulo. O rejeito argiloso foi obtido a partir do terceiro sedimentador da mineração de areia para a produção de quartzo, resultando da moagem do minério bruto e passando por lavagens e peneiramento [15].

#### **3.2 Caracterização da matéria-prima**

Para a caracterização do rejeito argiloso, foram feitas análises químicas pela técnica de fluorescência de raios X para a determinação da composição da argila, técnica de difratometria de raios X para a determinação das fases presentes e a análise granulométrica para se conhecer a distribuição dos tamanhos das partículas.

##### **3.2.1 Análise granulométrica**

Para o início desse ensaio, foi separada 200 g da argila, água e defloculante e foi usada a peneira de abertura de 0,075 mm (malha de 200). A utilização do defloculante é importante para evitar a aglomeração e manter as partículas em suspensão.

Inicialmente foi feita uma suspensão de argila, água e defloculante, e em seguida foi feita a agitação mecânica. Com a peneira de abertura de 0,075 mm, foi passada a suspensão, separando as partículas maiores que 0,075 mm e menores. Para o estudo da caracterização granulométrica da matéria-prima, as partículas menores que 0,075 mm não foram utilizadas.

O material retido na peneira de abertura de 0,075 mm foi recolhido e seco em estufa até peso constante.

Em seguida foi selecionada a sequência de peneiras que foram utilizadas no estudo da caracterização granulométrica do material. A sequência de peneiras escolhidas está representada na Tabela 2.



Tabela 2. Peneiras usadas para a análise granulométrica da argila.

<b>Malha</b>	<b>Abertura (mm)</b>
10	2,000
28	0,600
48	0,300
65	0,212
80	0,180
100	0,150
120	0,125
150	0,106
200	0,075
>200	<0,075

Com a definição do conjunto de peneiras, foi usado um agitador de peneiras eletromagnético Bertel, modelo ITr n° 02/LCE por 10 minutos com a frequência de vibração máxima. Em seguida, foram pesadas as frações retidas em cada peneira em uma balança digital com precisão de 0,01g.

### **3.2.2 Difratomia de raios X**

Para a análise de difração de raios X, foi separada uma amostra em pó do rejeito argiloso com o objetivo de identificar as fases presentes no material. Para essa análise, foi utilizado radiação  $\text{CuK}\alpha$  com varredura no intervalo angular ( $2\theta$ ) de  $10^\circ$  a  $90^\circ$  com passo angular de  $0,02^\circ$  e 20 segundos de contagem. O equipamento de difratometria usado foi o Empyrean da marca Panalytical.

A partir dos picos obtidos com a análise, foi usado o programa X'Pert High Score para identificação das fases.

### **3.2.3 Fluorescência de raios X**

A análise de fluorescência de raios X foi feita para se descobrir a composição química semiquantitativa da argila. A análise foi feita no equipamento Axios MAX, da marca PANalytical.

Para a análise de fluorescência de raios X, foi separado , aproximadamente, 30 g do rejeito argiloso em pó. A amostra de argila foi preparada com ácido bórico para possibilitar a análise.

### 3.3 Técnicas de preparação das amostras

Neste item será descrito o procedimento experimental para a confecção dos corpos de prova e a metodologia utilizada. O fluxograma da Figura 4 descreve as etapas desse processo.

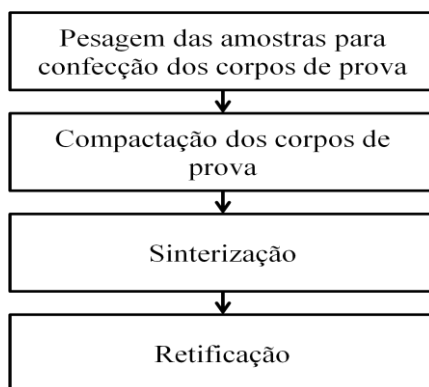


Figura 4. Fluxograma das etapas de confecção dos corpos de prova.

#### 3.3.1 Compactação

Inicialmente, foram pesadas 100 amostras de 50 g da argila já homogeneizada e peneirada em peneira de abertura de 4,75 mm, para retirada de restos vegetais e algumas pedras.

As amostras pesadas foram então prensadas a 32 MPa em uma matriz, com superfície polida, de aço ferramenta de dimensão de 115 mm x 25 mm, obtendo-se barras compactas. Para a melhor prensagem, foi utilizado um lubrificante na matriz para a confecção de cada corpo de prova. A prensagem foi uniaxial com simples ação de pistão com três estágios de compressão, 11 MPa por 10 segundos, 22 MPa por 10 segundos e 32 MPa por 20 segundos. Após cada estágio de compressão, foi aliviada a pressão para melhor acomodação das partículas. A prensagem uniaxial foi feita na

prensa hidráulica MA 098/C da marca Marconi. A Figura 5 ilustra a prensa utilizada na compactação (a) e a matriz utilizada na confecção dos corpos de prova (b).



Figura 5. a) Prensa hidráulica e b) Matriz

Após a compactação, foram pesados os corpos de prova em uma balança digital com precisão de 0,01 g e medidas todas as dimensões com um paquímetro com resolução de  $\pm 0,01$  mm para análises posteriores.

### 3.3.2 Sinterização

Após a confecção dos 100 corpos de prova, os mesmos foram divididos igualmente em 4 conjuntos de 25 corpos de prova para serem sinterizados em diferentes temperaturas. A sinterização dos corpos de prova foi feita em um forno de resistência elétrica com atmosfera de ar, tipo mufla da marca Inti com controlador de potência, com uma taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até as temperaturas de sinterização, 1100, 1200, 1300 e  $1400^{\circ}\text{C}$  e manteve-se nessa temperatura por 3 horas e taxa de resfriamento, também, de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

A Figura 6 representa os ciclos de sinterização de cada conjunto de corpos de prova.

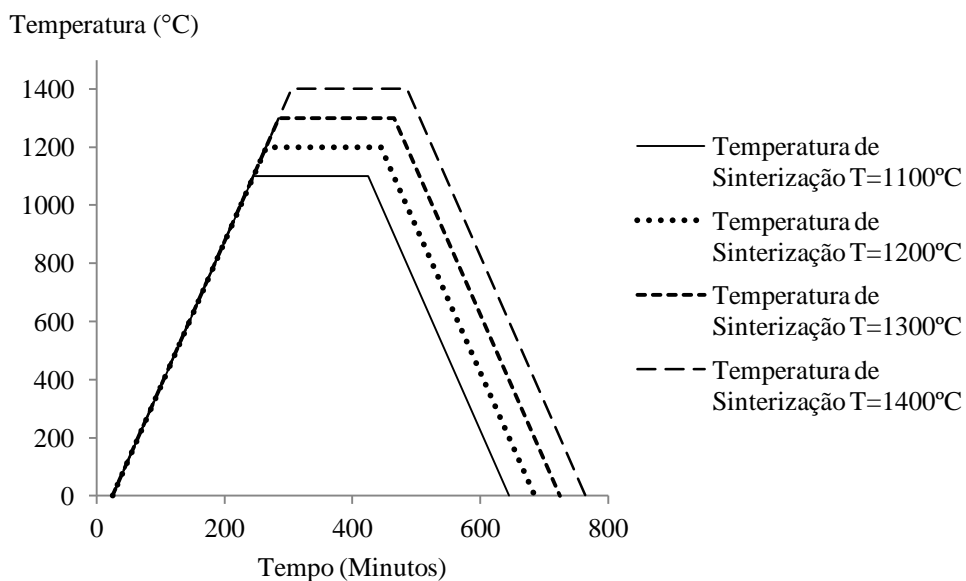


Figura 6. Ciclos de sinterização de cada conjunto de corpos de prova.

### 3.3.3 Retificação

Para seguir com as análises das propriedades mecânicas do material, carga de ruptura a flexão e módulo de elasticidade, foi feita a retificação de alguns dos corpos de provas para melhor adaptação das amostras nos equipamentos das análises. Para esse processo foi utilizada o rebolo diamantado D121 nas dimensões de aproximadamente 50 mm x 3 mm x 4 mm na retificadora modelo Ferdimat TA42. A Figura 7 mostra a retificadora utilizada nesse trabalho.

Sabendo a fragilidade das amostras, o passo usado para a retificação foi de 0,5 mm para evitar danos nos corpos de prova.



Figura 7. Retificadora modelo Ferdimat TA42.

### **3.4 Caracterização dos corpos de prova após a sinterização**

#### **3.4.1 Densidade aparente a seco**

A densidade aparente foi obtida pela análise das dimensões e da massa dos corpos de prova. Para isso foi usado um paquímetro com resolução de  $\pm 0,01$  mm e uma balança digital com precisão de 0,01 g. Após a prensagem, todas as amostras foram medidas e pesadas. Depois da sinterização de cada conjunto de amostras, foi novamente realizada a medição e pesagem. A partir dos valores obtidos, a massa específica foi calculada pela equação (14).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (14)$$

onde  $m$  é a massa (g) e  $V$  é o volume do corpo de prova ( $\text{cm}^3$ ).

#### **3.4.2 Retração linear de queima**

Para obter a retração linear de queima, foi feita a medição do comprimento dos corpos de prova com o auxílio de um paquímetro com resolução de  $\pm 0,01$  mm, antes e após a queima. A partir das dimensões obtidas, foi calculada a retração linear de queima pela equação (5).

#### **3.4.3 Absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente**

Para as análises de absorção de água, massa específica aparente e porosidade aparente, foram utilizadas 3 amostras de cada temperatura de sinterização, a partir dos corpos de prova usados nos ensaios mecânicos.

Essas análises foram feitas segundo a NBR 220(Dez/80). Os resultados foram obtidos a partir das equações (2), (3) e (4).

### 3.4.4 Ensaio para a determinação do módulo de elasticidade

O ensaio para obter o módulo de elasticidade foi realizado pelo método de ressonância de barras. Para isso, foi utilizado o equipamento modelo ME-C 1198-91 com o sistema ATCP e faixa de frequência de 1 a 13 kHz. O ensaio foi feito em todos os corpos de prova das 4 temperaturas de sinterização, 1100, 1200, 1300 e 1400°C. A Figura 8 mostra o equipamento usado para medir o módulo de elasticidade das amostras.



Figura 8. Equipamento usado para medir o módulo de elasticidade dos corpos de prova.

### 3.4.5 Resistência à flexão em 3 pontos

O ensaio de flexão em 3 pontos foi realizado para todos os corpos de prova de cada conjunto de temperatura de sinterização das amostras, 1100, 1200, 1300 e 1400°C.

O ensaio foi realizado na máquina universal de ensaios EMIC. Para esse ensaio, foi usada uma célula de carga de 5 kN, com velocidade de 0,5 mm/min e a distância entre os roletes de 92 mm.

Foi usado um deflectômetro para aumentar a precisão da análise. A Figura 9 mostra o equipamento usado no ensaio de flexão.

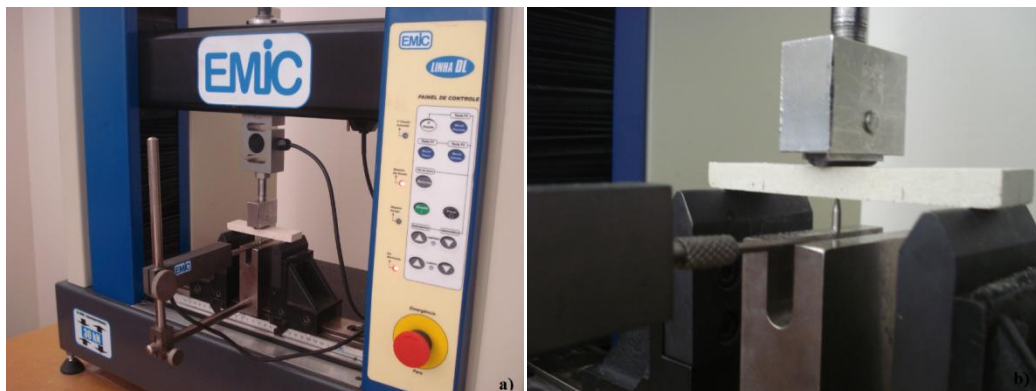


Figura 9 a) Máquina usada no ensaio de flexão. b) Detalhe do deflectômetro usado.

### 3.4.6 Análise da microestrutura

Para a análise da microestrutura foram usados 2 métodos, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e lupa estereoscópica. Para a análise da microestrutura, o equipamento usado foi o MEV modelo LEO 1450VP. Foi usado um corpo de prova de cada temperatura de sinterização após o ensaio de flexão em 3 pontos. Nas 4 amostras, a análise da microestrutura foi feita no modo de elétrons secundários na superfície de fratura das amostras. Para que ocorresse a condução dos elétrons nas amostras, foi feita uma cobertura na superfície de fratura de 20 nm de ouro antes da análise.

Para a análise da superfície das amostras, foi usada a lupa estereoscópica Quimis modelo Q740SZ-T.

### 3.4.7 Análise das fases

Para o acompanhamento das fases presentes no material, foram feitas análises de difratometria de raios X em uma amostra de cada temperatura de sinterização (1100, 1200, 1300 e 1400°C). Com o uso de um pilão, cada amostra foi reduzida a pó para melhorar os resultados da análise.

Os parâmetros usados nessa análise são iguais aos parâmetros usados para caracterizar a matéria-prima.

Posteriormente para descobrir as fases presentes foi usado o programa X'Pert High Score.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Resultados da caracterização da matéria-prima

#### 4.1.1 Composição química

A Tabela 3 indica a composição química do rejeito argiloso feita por fluorescência de raios X. Os resultados mostram uma composição típica de uma argila usada para cerâmica vermelha, com uma grande quantidade de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , e uma quantidade considerável de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Para cerâmicas vermelhas, normalmente, a argila usada é rica em quartzo,  $\text{SiO}_2$ , que diminui a retração e facilita a secagem, a caulinita,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , que é argilomineral refratário e a hematita,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , que confere a cor avermelhada a peça.

Tabela 3. Composição química da argila (% em peso) por fluorescência de raios X.

$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{TiO}_2$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{SO}_3$	$\text{CaO}$	$\text{ZrO}_2$
43,84	31,45	3,27	0,79	0,5	0,153	0,075	0,057	0,048	0,029	0,026

Além das características da cerâmica vermelha, o alto teor de sílica se deve a região de extração da matéria-prima, que tem como objetivo a mineração de areia de quartzo, principal impureza da argila caulinitica.

#### 4.1.2 Composição mineralógica

A Figura 10 apresenta o difratograma feito a partir da argila usada como matéria-prima.

O difratograma confirma os valores obtidos na análise química feita no material. O maior pico encontrado foi o de quartzo, com intensidade de aproximadamente 10000 u.a., o segundo pico mais intenso é característico da caulinita e está localizado em  $12^\circ$  com intensidade de 5000 u.a.. Outro pico encontrado no difratograma foi o da



muscovita,  $K_2O \cdot 3Al_2O_3 \cdot 6SiO_2 \cdot 2H_2O$ . Apesar dos valores de  $K_2O$  encontrados na análise de composição química serem baixos, 0,79 % em peso, foram encontrados vários picos desse argilomineral. É possível observar no difratograma que alguns picos da muscovita se sobrepõem aos picos da caulinita e do quartzo, por esse motivo não é possível afirmar a quantidade de muscovita presente nas amostras por esse método, sendo necessárias mais análises, como medir a capacidade de troca de cátions.

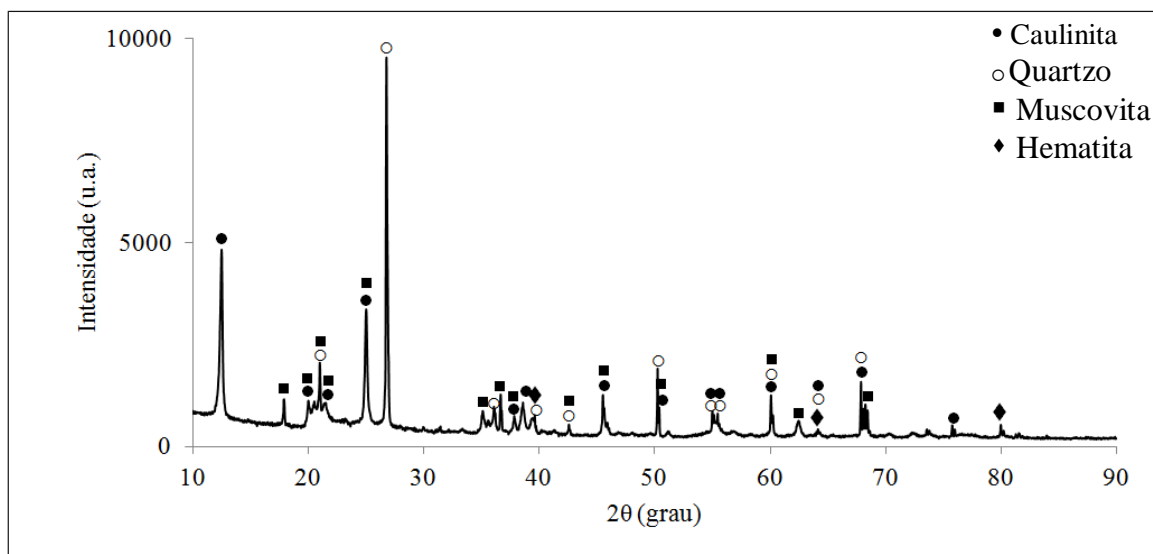


Figura 10. Difratograma do rejeito argiloso

#### 4.1.3 Análise granulométrica

Inicialmente, para se conhecer a distribuição granulométrica, foi separado um intervalo de tamanhos de partículas para a análise granulométrica. Com uma peneira com abertura de 0,075 mm, foi passada a suspensão feita com a argila residual. Esse processo resultou em 153,52 g de finos, aproximadamente 76,8%. Essa fração não foi considerada para o estudo da distribuição de tamanhos de partículas pela dificuldade de análise por peneiramento. Para a análise dessa fração são necessários outros métodos.

Para a faixa de tamanhos escolhida para a análise, 2 mm à 0,075 mm, a distribuição granulométrica esta representada na Tabela 4.

Tabela 4. Distribuição granulométrica (% em massa) de argila residual.

<b>Malha</b>	<b>Abertura (mm)</b>	<b>Massa retidas (%)</b>
10	2	0
28	0,600	6,909
48	0,300	7,806
65	0,212	7,702
80	0,180	5,302
100	0,150	9,121
120	0,125	6,763
150	0,106	13,964
200	0,075	23,315
>200	<0,075	16,218

Uma das definições de argilomineral é que o tamanho da partícula é inferior a 2  $\mu\text{m}$  [7]. A partir da distribuição granulométrica, não é possível afirmar a quantidade de argilominerais no material. Porém com o auxílio da análise química e análise mineralógica, e com a grande quantidade de finos retirada da análise granulométrica, 76,8%, podemos afirmar a grande quantidade de argilominerais, como caulinita, presentes na argila.

Podemos confirmar os altos teores de  $\text{SiO}_2$  encontrados na análise mineralógica feita por difratometria de raios X, com a faixa grosseira de tamanhos de partículas encontrada na distribuição granulométrica. O aumento do tamanho das partículas de quartzo ocorre pela localização da extração da matéria prima. Como o rejeito argiloso foi obtido a partir da mineração de areia de quartzo, partículas de areia de quartzo estão contidas na argila usada.

#### **4.2 Resultados das propriedades das amostras após a sinterização**

A Figura 11 mostra os corpos de prova após a sinterização.

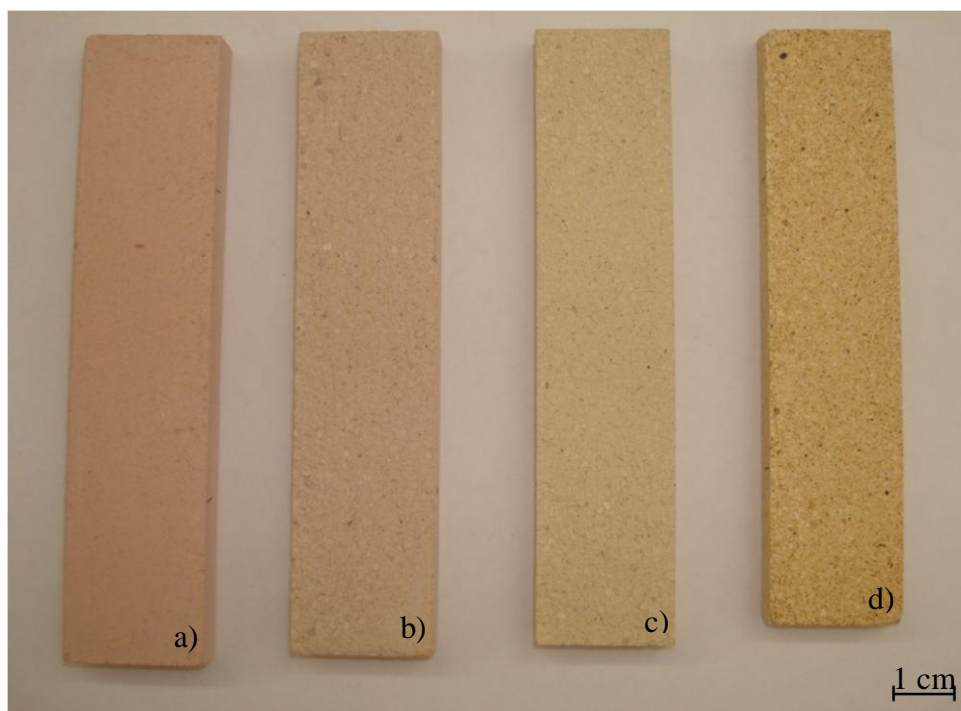


Figura 11. Corpos de prova após a sinterização nas temperaturas de a)1100°C; b)1200°C; c)1300°C e d)1400°C.

Após a sinterização já foi possível ver grandes diferenças entre as amostras sinterizadas em diferentes temperaturas. A variação na coloração dos corpos de prova é uma delas. Com o aumento da temperatura de sinterização é possível ver a diminuição da coloração avermelhada e a mudança para os tons amarelados.

Outra diferença entre as amostras é o tamanho. A medida que a temperatura de sinterização aumenta, ocorre um expressivo aumento da retração dos corpos de prova. Essa variação será novamente abordada com a análise de retração linear de queima.

Pôde-se observar também, que a maioria dos corpos de prova apresentaram empenamento, por esse motivo se tornou necessária a retificação das amostras, para não haver interferência na medição do módulo de elasticidade e ensaio de ruptura em flexão em 3 pontos.

Outra informação importante, observada após a sinterização, foi que as amostras sinterizadas na temperatura de 1100°C, apresentaram um baixo grau de sinterização. A Figura 12 mostra a superfície da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C. Isso pôde ser evidenciado com o grande número de partículas que se soltavam com facilidade das amostras. Esse fato foi mais bem embasado posteriormente pelas análises. A baixa sinterização dessas amostras tornou inviável a retificação das mesmas, pois a ação do

rebolo da retificadora iria comprometer a integridade do corpo de prova. Por esse motivo optou-se por não retificar uma quantidade de amostras sinterizadas nas temperaturas de 1200°, 1300° e 1400°C, permitindo a comparação do efeito da temperatura nos corpos de prova.



Figura 12. Superfície da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C.

As 15 amostras restantes sinterizadas na temperatura de 1200°, 1300° e 1400°C foram retificadas, para a análise do módulo de elasticidade e carga de ruptura em flexão. Esse número foi escolhido com base na estatística de Weibull, em que são necessárias no mínimo, 15 amostras idênticas para a análise de carga de ruptura em flexão.

#### 4.2.1 Porosidade aparente, absorção de água e massa específica aparente

A Tabela 5 apresenta os valores de massa específica aparente (MEA), absorção de água e porosidade aparente para cada conjunto de amostras.

A partir dos resultados, é possível perceber um significativo aumento do MEA e a redução da porosidade aparente e da absorção de água com o aumento da temperatura de sinterização.

Como já dito, as propriedades de absorção de água e porosidade são dependentes da temperatura de sinterização. Com o aumento da temperatura, ocorre um aumento da difusão dos átomos, favorecendo a cinética de sinterização, o que reduz a porosidade aparente e a MEA do material. Essa tendência pode ser observada nos resultados obtidos.

Tabela 5. Resultados de massa específica aparente, absorção de água e porosidade aparente para os corpos de prova sinterizados nas temperaturas de 1100, 1200, 1300 e 1400°C.

<b>Temperatura de sinterização (°C)</b>	<b>Massa específica aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Absorção de água (%)</b>	<b>Porosidade aparente (%)</b>
1100	1,57 ± 0,04	26,56 ± 1,77	41,76 ± 1,74
1200	1,59 ± 0,04	26,46 ± 1,71	42,07 ± 1,63
1300	1,73 ± 0,04	22,08 ± 1,31	38,20 ± 1,46
1400	1,86 ± 0,02	17,02 ± 0,51	31,74 ± 0,68

Os valores de porosidade aparente, absorção de água e MEA obtidos para as amostras sinterizadas nas temperaturas de 1100 e 1200°C apresentam uma diferença pequena, não concordando com o aumento do grau de sinterização pelo aumento de temperatura. Isso pode ser explicado por reações ocorridas nesse intervalo, como a formação de novas fases [4].

#### 4.2.2 Retração linear de queima

Assim como o aumento da temperatura de sinterização aumenta a MEA, o mesmo ocorre com a densidade aparente. Isso porque a densificação de uma cerâmica é um processo termicamente ativado para que ocorra a difusão de átomos no estado sólido. O aumento da densificação, MEA e retração linear de queima e a redução da porosidade demonstra um maior grau de sinterização do material.

A Tabela 6 apresenta um aumento da retração linear de queima e da densificação do material com o aumento da temperatura de sinterização. Esse comportamento está de acordo com a definição de retração linear.

Tabela 6. Resultados da densidade aparente e retração linear de queima para cada temperatura de sinterização.

<b>Temperatura de sinterização (°C)</b>	<b>Densidade aparente da amostra (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Retração linear de queima (%)</b>
1100	1,53 ± 0,01	0,99 ± 0,08
1200	1,61 ± 0,01	2,46 ± 0,14
1300	1,69 ± 0,01	3,84 ± 0,14
1400	1,82 ± 0,01	6,23 ± 0,13

A perda ao fogo que ocorre em cerâmicas vermelhas pode ser decorrente da perda da água que constitui os argilominerais, como a caulinita. Na análise de difratometria foi encontrada grandes quantidades de caulinita, justificando a perda de massa encontrada para todas as amostras [23]. Outro fator que pode ocasionar a perda de massa é a combustão de matéria orgânica [23].

#### 4.2.3 Curva de Gresificação

A curva de Gresificação está ilustrada na Figura 13, em que é comparada a retração linear de queima e a absorção de água para as diferentes temperaturas de sinterização.

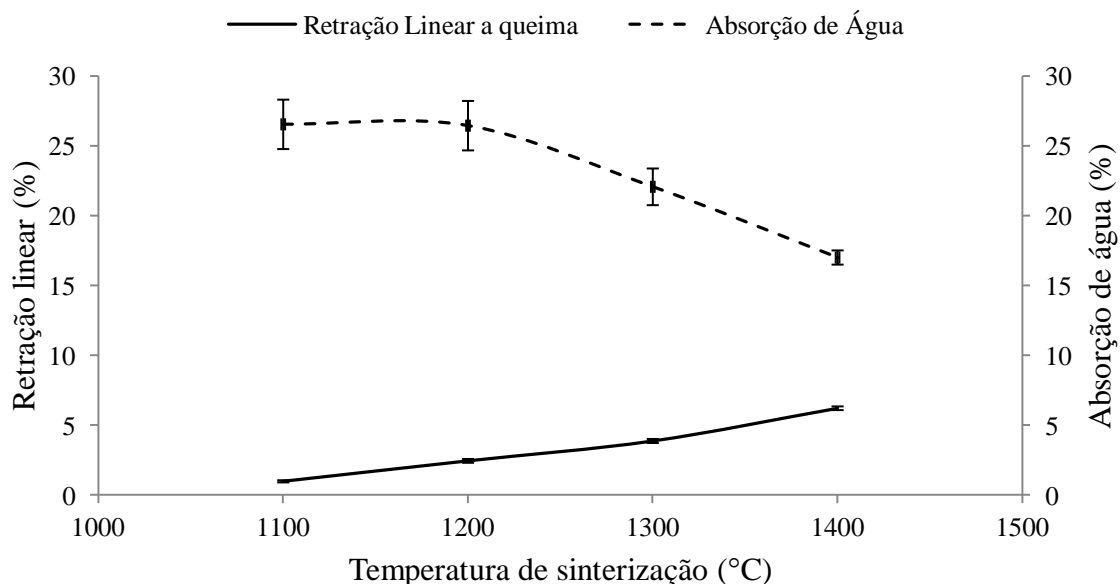


Figura 13. Curva de Gresificação da argila sinterizada em diferentes temperaturas.

A curva de gresificação mostra que, de acordo com a literatura, o material não alcançou a região III da curva de gresificação, onde podem ocorrer instabilidades dimensionais. Outra informação que se obtém com a curva no intervalo de 1100 e 1200°C é a pequena variação das duas propriedades. Essa região se caracteriza pela região I da curva de gresificação. Nessa região, tem-se o início do processo de sinterização, e apenas algumas transformações ocorreram no material. Esse estágio de baixa sinterização confirma o aspecto da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C, em que partículas se desprendiam do corpo de prova com facilidade, como já dito.

A partir de 1200°C, as amostras têm uma significativa alteração de absorção de água e retração linear de queima, caracterizando a região II da curva de gresificação, indicando um aumento do grau de sinterização.

#### 4.2.4 Módulo de elasticidade

Os resultados de módulo de elasticidade estão apresentados na Tabela 7, para cada temperatura de sinterização, das amostras retificadas e não retificadas.

Tabela 7. Resultados de módulo de elasticidade para cada temperatura de sinterização.

Temperatura de sinterização °C	Amostras não retificadas		Amostras retificadas	
	Número de amostras	Módulo de elasticidade MPa	Número de amostras	Módulo de elasticidade MPa
1100	25	5,51 ± 0,20	-	-
1200	9	6,77 ± 0,46	15	6,44 ± 0,41
1300	10	7,84 ± 0,50	15	7,86 ± 0,43
1400	7	10,76 ± 1,51	15	11,70 ± 1,02

A partir dos resultados de módulo de elasticidade, é notado um crescimento dos valores com o aumento da temperatura. Esse comportamento é esperado, uma vez que o módulo de elasticidade é relacionado com a ligação atômica. Com o aumento de temperatura de queima, a difusão é favorecida e permite maior ligação das partículas, elevando o módulo de elasticidade.

Pode-se observar que não há uma diferença significativa do módulo de elasticidade das amostras retificadas e não retificadas. Esse comportamento também é esperado, já que a superfície do material não interfere nos resultados. Porém foi observado durante a caracterização dos picos obtidos na análise de ressonância de barras que, nas amostras retificadas, os picos eram mais definidos, quando comparado com as amostras não retificadas.

#### 4.2.5 Módulo de ruptura em flexão

A Tabela 8 mostra os resultados de módulo de ruptura em flexão.

Tabela 8. Resultado do módulo de ruptura em flexão para cada temperatura de sinterização.

Temperatura de sinterização °C	Amostras não retificadas		Amostras retificadas	
	Número de amostras	Módulo de ruptura MPa	Número de amostras	Módulo de ruptura MPa
1100	25	0,42 ± 0,42	-	-
1200	9	1,33 ± 0,18	15	1,20 ± 0,14
1300	10	2,58 ± 0,21	15	2,50 ± 0,15
1400	7	5,77 ± 0,23	15	5,68 ± 0,58

Os resultados obtidos mostram um aumento do módulo de ruptura em flexão a 3 pontos com o aumento da temperatura de sinterização. Esse resultado está coerente com o resultado encontrado de porosidade aparente. Os poros são considerados defeitos e são encontrados nos materiais cerâmicos. Esses defeitos agem como concentradores de tensão, o que reduz a tensão necessária para promover o rompimento do material. De acordo com os resultados de porosidade encontrados, onde mostra uma redução com o aumento de temperatura de sinterização, pode-se explicar o aumento do módulo de ruptura em flexão encontrado na análise.

Além da alta porosidade, baixa retração e o baixo valor de módulo de ruptura encontrado para as amostras sinterizadas na temperatura de 1100°C, mostra o baixo grau de sinterização desse conjunto de amostras.

Os resultados obtidos nas amostras retificadas e não retificadas, não apresentaram uma grande variação. O processo de retificação planificou e retirou algumas trincas superficiais das amostras, porém gerou uma superfície mais rugosa e, pela fragilidade das amostras, pode ter gerado trincas internas. Por isso não é possível afirmar a influencia da retificação no módulo de ruptura a flexão nas amostras.



#### 4.2.5.1 Resultados estatísticos do módulo de ruptura em flexão

A Figura 14 mostra o diagrama de Weibull para a resistência a flexão para as amostras sinterizadas nas temperaturas de 1200, 1300 e 1400°C. O diagrama apresenta  $\ln\{\ln[1/(1-P_f)]\}$  vs  $\ln \sigma_f$ .

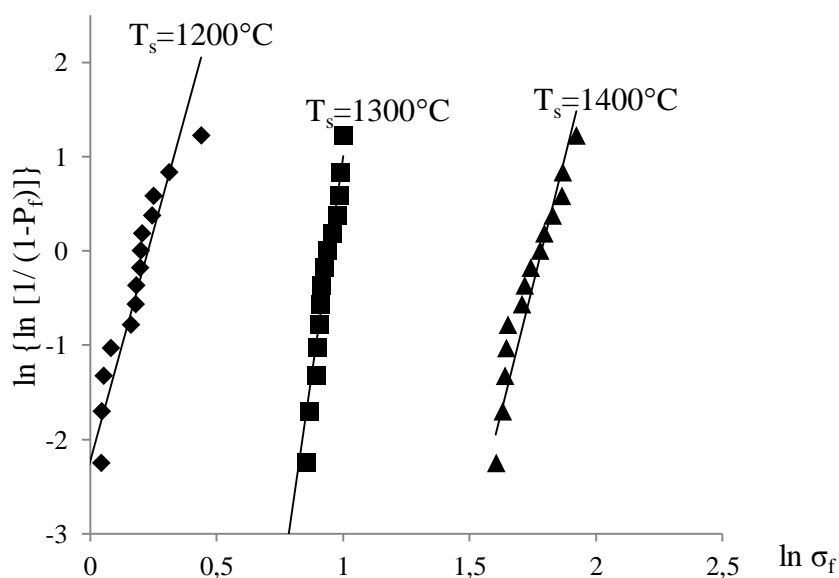


Figura 14. Diagrama de Weibull para corpos de prova sinterizados nas temperaturas  $T_s=1200^\circ\text{C}$ ,  $T_s=1300^\circ\text{C}$  e  $T_s=1400^\circ\text{C}$

A partir dos pontos obtidos no diagrama, foi traçada uma reta que melhor representasse os pontos. Pela literatura, o módulo de Weibull,  $m$ , é o coeficiente angular da reta. Os valores dos módulos de Weibull estão listados na Tabela 9.

Tabela 9. Resultado do módulo de Weibull,  $m$ , para as temperaturas de 1200, 1300 e 1400°C.

Temperatura de Sinterização °C	Número de amostras	Módulo de Weibull $m$
1200	15	9,80
1300	15	18,56
1400	15	10,83

Os valores obtidos do módulo de Weibull apresentam uma baixa dispersão dos resultados. Quanto maior o valor do módulo de Weibull, menor é a dispersão do módulo de ruptura. Para cerâmicas vermelhas, os valores de  $m$  devem estar dentro do intervalo de 0,5 a 15. Com os resultados da Tabela 9, é possível observar que, para as amostras sinterizadas na temperatura de 1200 e 1400°C, o módulo de Weibull está dentro do intervalo esperado, já para as amostras sinterizadas na temperatura de 1300°C, o valor de  $m$  está acima do esperado, diminuindo ainda mais a dispersão dos resultados. Com esses valores de  $m$ , podemos afirmar que os resultados de módulo de ruptura à flexão representam o comportamento do material.

A partir do diagrama ilustrado na Figura 18, podemos observar o incremento do módulo de ruptura à flexão com o aumento da temperatura de sinterização, como já dito anteriormente.

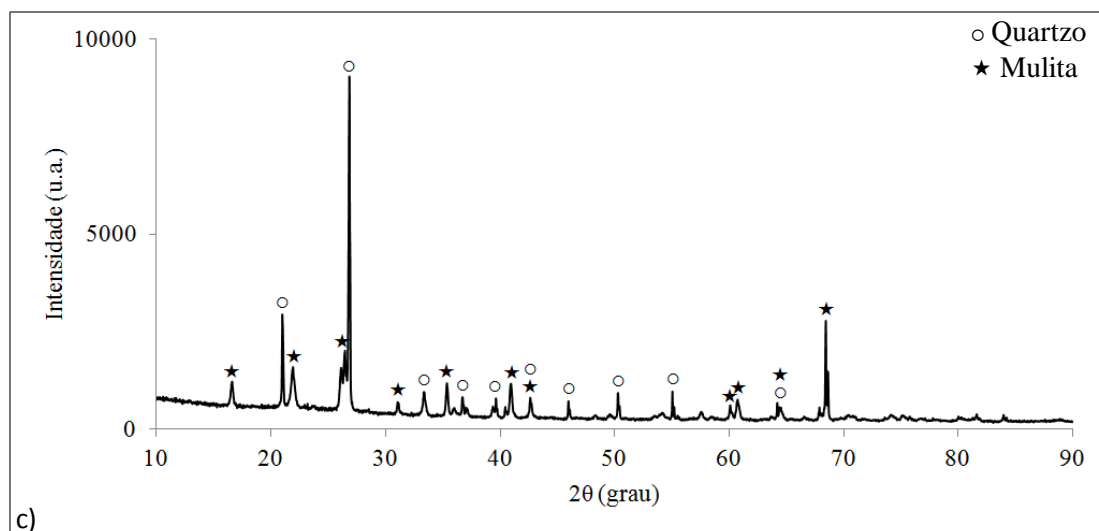
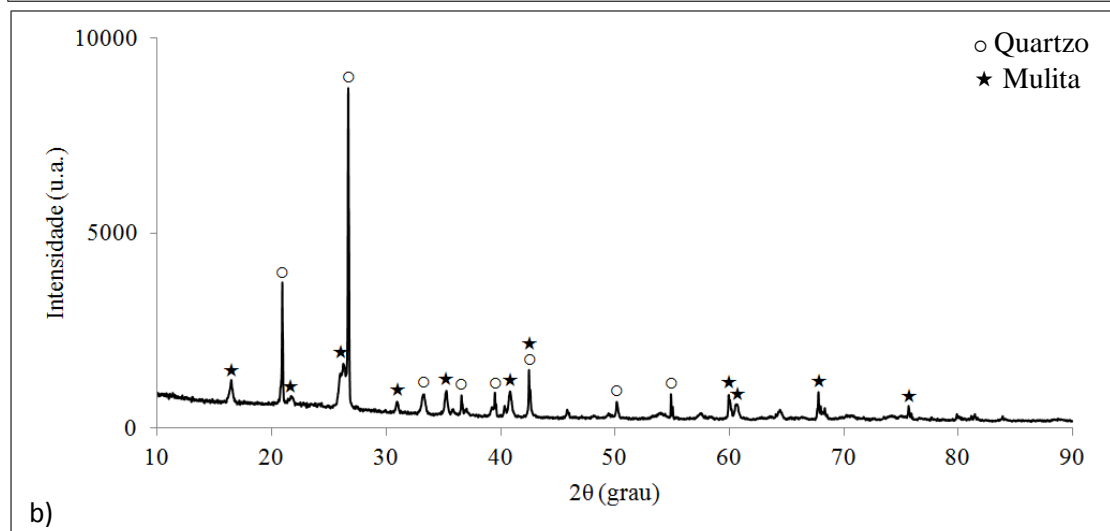
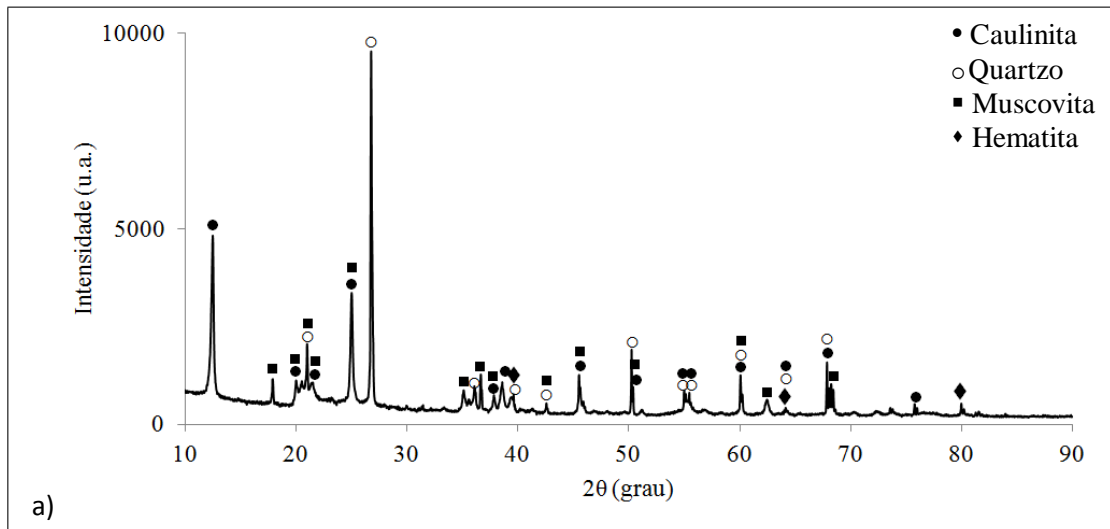
#### 4.2.6 Análise das fases

A Figura 15 apresenta os difratogramas dos corpos de prova para cada temperatura de sinterização.

Nos difratogramas é possível observar que as maiores diferenças das fases presentes se encontram no difratograma da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C. Porém quando comparado esse mesmo difratograma com o obtido a partir da matéria-prima, tem-se uma menor diferença.

Comparando o difratograma do rejeito argiloso (Figura 10) com o da amostra de 1100°C, a diferença mais expressiva é a redução da caulinita no material após a queima. Isso ocorre devido a transformação da caulinita para a formação da mulita. O início dessa transformação ocorre na temperatura de 950°C. Não é encontrada a fase da mulita nesse difratograma, pois nessa temperatura ocorre a formação de pequenos cristais, portanto a quantidade de mulita presente na temperatura de 1100°C é muito baixa, não sendo possível detectar no difratograma. Esse fato explica a redução da caulinita em comparação com o rejeito argiloso [14].

A formação da mulita é confirmada com os picos característicos dessa fase nos difratogramas das amostras sinterizadas nas outras temperaturas, 1200, 1300 e 1400°C.



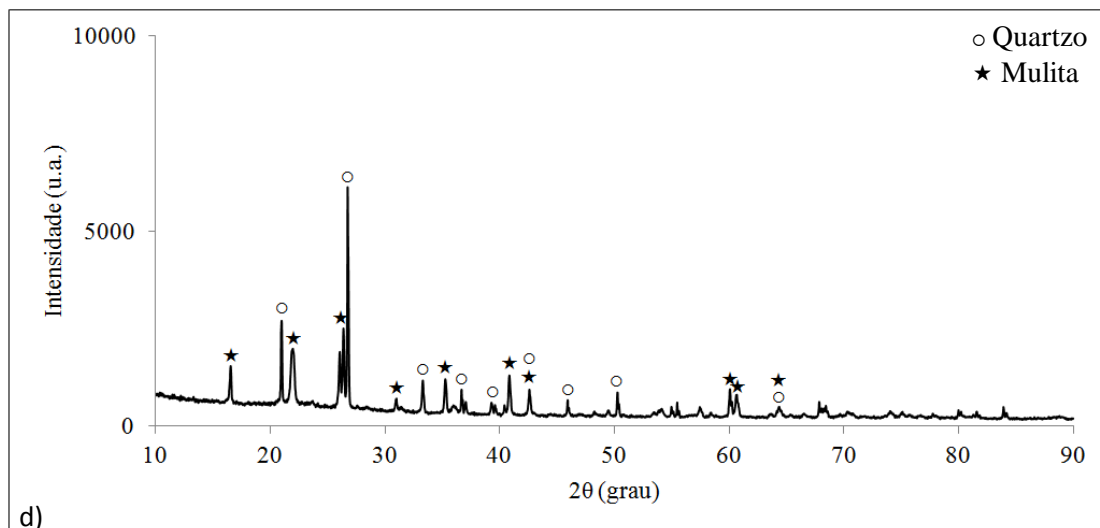


Figura 15. Difratogramas de raios X identificando as fases presentes nas amostras sinterizadas nas temperaturas de: a) 1100°C; b) 1200°C; c) 1300°C; d) 1400°C.

A muscovita é um argilomineral e pode ser observado no difratograma da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C. Porém, assim como já relatado na análise das fases do rejeito argiloso, os picos relativos à muscovita, se sobrepõem com outros picos, não sendo possível indicar a real quantidade desse argilomineral. O aumento da presença da mulita nas amostras sinterizadas nas maiores temperaturas, comprova a decomposição da muscovita para a formação da mulita.

Nos difratogramas, também é possível observar a hematita apenas na amostra sinterizada em 1100°C. Isso pode ser explicado com aumento da temperatura de sinterização, o ferro contido nesse óxido pode ter formado uma nova fase mais estável em altas temperaturas. Como a quantidade, tanto de ferro na análise química do rejeito argiloso, quanto de hematita no difratograma da amostra sinterizada na temperatura de 1100°C são baixas, essa nova fase formada não foi detectada na análise de difratometria de raios X nas amostras sinterizadas nas maiores temperaturas.

#### 4.2.7 Análise da microestrutura

Na Figura 16, se encontram as imagens obtidas pela lupa da superfície não retificada das amostras sinterizadas em diferentes temperaturas. A partir delas, podemos observar as alterações na coloração das amostras. Esse fato também pode ser observado na Figura 11. Com o aumento da temperatura de sinterização, é possível observar que as

amostras estão mais amareladas. Isso pode ser explicado pelas análises das fases, onde é mostrada a diminuição da hematita, responsável pela coloração avermelhada. A diferença mais expressiva na mudança da coloração está na amostra sinterizada na temperatura de 1400°C. Como já foi dito, a formação da mulita secundária se dá nessa temperatura, aumentando a solubilização da alumina, permitindo que os íons silício, precipitados anteriormente, sejam redissolvidos [15].

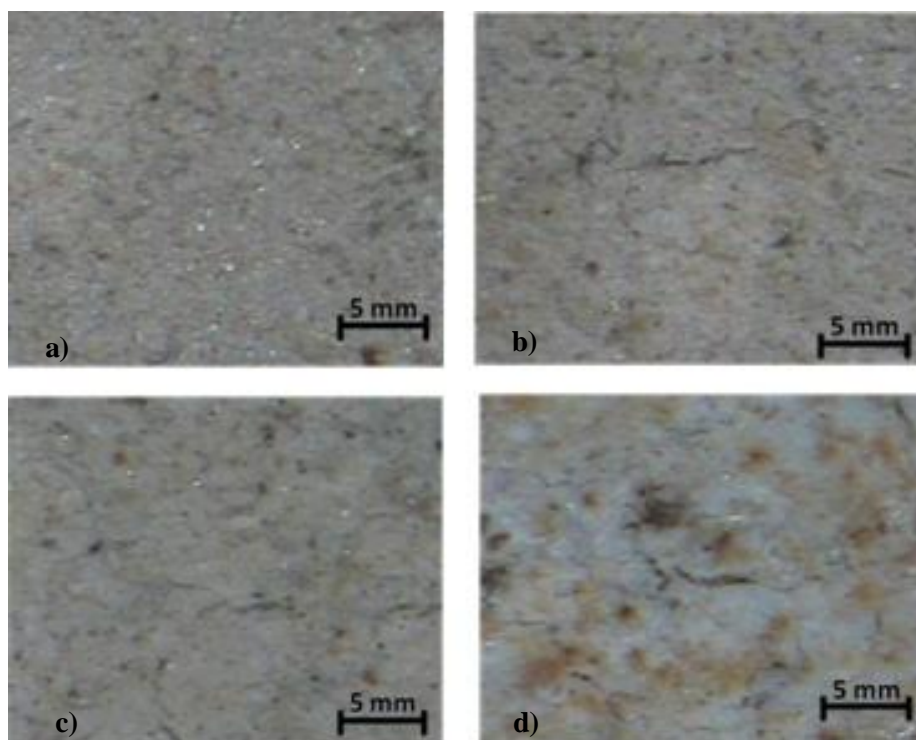


Figura 16. Microscopia óptica da superfície não retificada, das amostras sinterizadas nas temperaturas de: a) 1100°C; b) 1200°C; c) 1300°C e d) 1400°C.

A Figura 17 mostra a diferença entre as superfícies retificadas das amostras sinterizadas nas temperaturas de 1200, 1300 e 1400°C. Como já foi explicado anteriormente, as amostras sinterizadas nas temperaturas de 1100°C não foram retificadas, pois não suportariam a passagem do rebolo sem afetar sua integridade estrutural.

Na Figura 17 a diferença entre as superfícies retificadas é muito grande. Isso se deve ao aumento do grau de sinterização, que reduz a porosidade das amostras, como confirmado pela análise de porosidade.

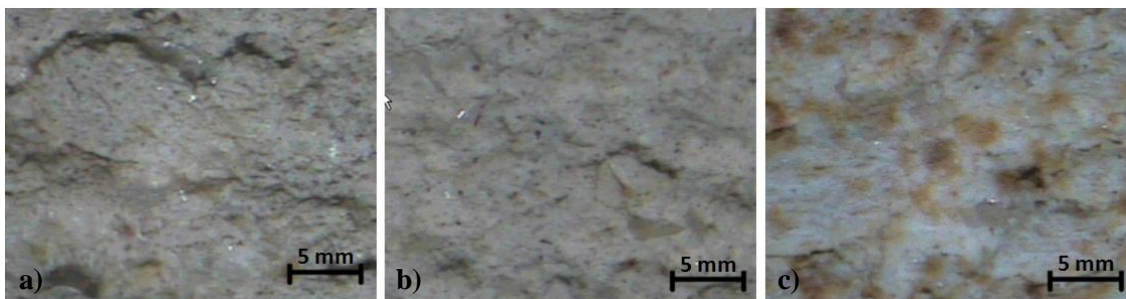


Figura 17. Microscopia óptica das amostras sinterizadas nas temperaturas de: a) 1200°C; b) 1300°C e c) 1400°C após a retificação.

O módulo de ruptura à flexão pode ser fortemente afetado pela incidência de microtrincas na superfície, como encontradas na superfície das amostras não retificadas. Além disso, quando comparamos as superfícies das amostras retificadas e não retificadas, é possível observar uma grande diferença na homogeneidade da superfície, porém os valores encontrados de módulo de ruptura à flexão não apresentam uma diferença significativa.

Pela fragilidade, durante a retificação, as amostras podem ter gerado mais microtrincas internas. Além disso, a retificação do material aumenta a irregularidade da sua superfície, o que possibilita a redução do módulo de ruptura do material. Porém, os resultados de módulo de ruptura não apresentaram uma diferença significativa das amostras retificadas e não retificadas. Com isso, não é possível concluir o efeito da retificação no módulo de ruptura a flexão para essas amostras.

Na Figura 18 estão apresentadas as micrografias eletrônicas de varredura da superfície de fratura das amostras sinterizadas nas diferentes temperaturas.

Com a análise das micrografias com aumento de 200 vezes, é possível observar que a matriz do material se apresenta mais compacta e com menos poros, com o aumento da temperatura de sinterização. Outro ponto que deve ser levado em consideração é que em temperaturas de sinterização mais baixas, a superfície de fratura tem maior irregularidade. Com o aumento da temperatura de sinterização, tem-se uma superfície mais lisa.

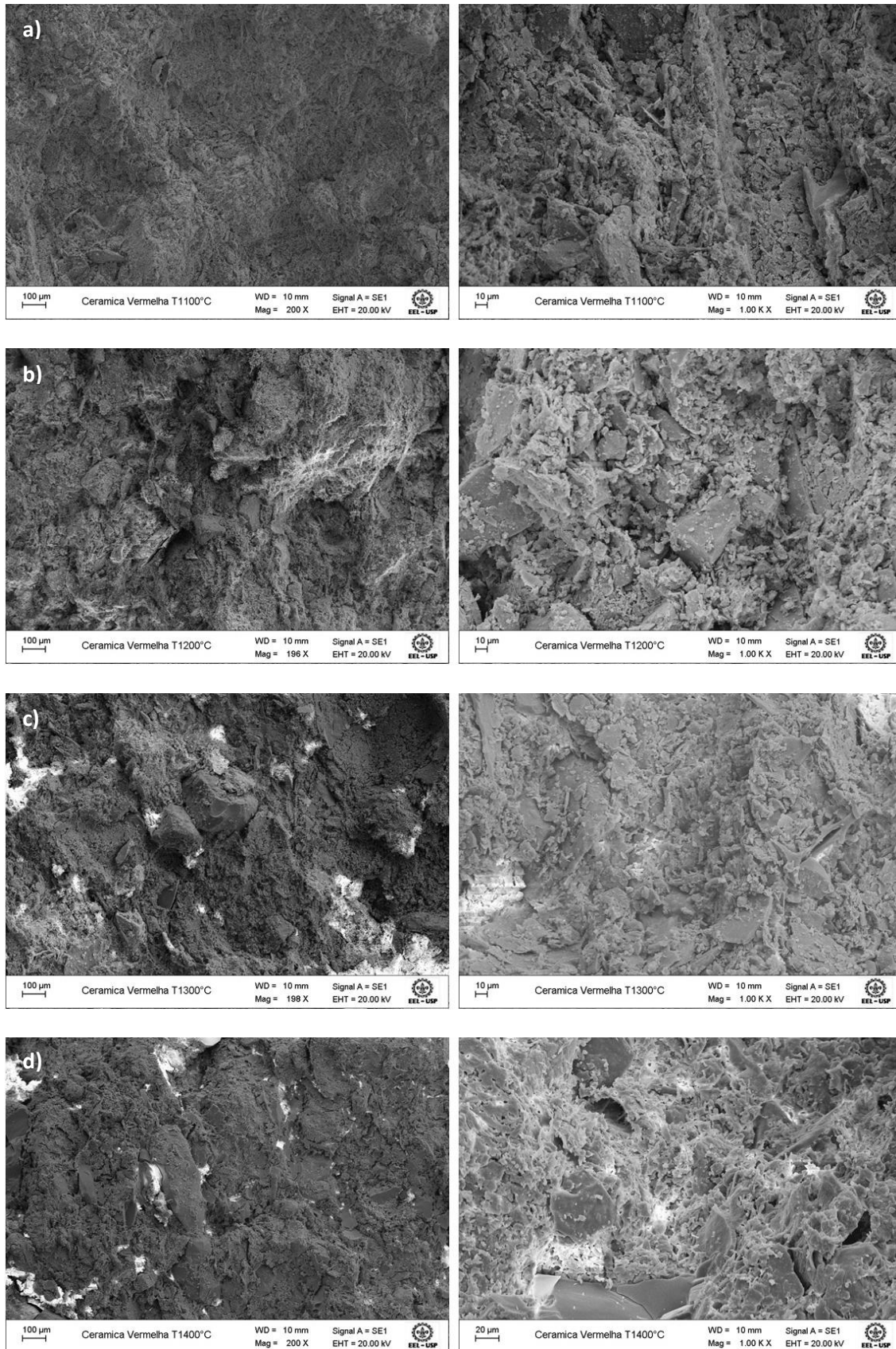


Figura 18. Micrografias das superfícies de fratura das amostras sinterizadas nas temperaturas de a) 1100°C, b) 1200°C, c) 1300°C e d) 1400°C obtidas por MEV no modo de elétrons secundários.

Já nas micrografias com aumento de 1000 vezes, nas temperaturas de sinterização mais baixas, 1100 e 1200°C, é possível ver partículas fracamente ligadas à matriz. O baixo grau de sinterização dessas amostras explica esse fato. O módulo de elasticidade está diretamente ligado à união dos átomos no material, assim como a baixa porosidade está ligada a união das partículas, desse modo, o baixo valor do módulo de elasticidade e a alta porosidade encontrada nas análises, comprovam o baixo grau de sinterização. Isso reflete no módulo de ruptura a flexão. Quanto maior a porosidade e menor o módulo de elasticidade, menor será o módulo de ruptura a flexão, como visto nas análises.



## CONCLUSÃO

A caracterização do rejeito argiloso mostrou uma composição típica de uma argila para cerâmica vermelha, com altos teores de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e teores consideráveis de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Outra característica importante foi a grande quantidade de finos e uma elevada concentração de caulinita, responsável pela refratariedade do material.

Após a prensagem e queima em diferentes temperaturas, pôde-se constatar um expressivo aumento das propriedades mecânicas do material com o incremento de temperatura de queima das amostras.

O módulo de elasticidade teve seus valores dobrados quando comparado as amostras sinterizadas em  $1100^\circ\text{C}$  e  $1400^\circ\text{C}$ . Já para o módulo de ruptura à flexão, o aumento foi ainda mais significativo, de 0,42 MPa para 5,7 MPa, quando comparado os valores das amostras sinterizadas em  $1100^\circ\text{C}$  e  $1400^\circ\text{C}$ .

Essa grande variação de propriedades mecânicas é decorrente de alguns fatores, como a porosidade, a retração e a densificação. Todos esses fatores são influenciados pela temperatura. Com o aumento da temperatura de sinterização, a difusão do átomos no estado sólido é favorecida, aumentando o grau de sinterização, densificando o material e, para isso, promove a redução dos poros e retração das amostras. A curva de gresificação comprova o aumento do grau de sinterização das amostras pelo comportamento do gráfico.

Os elevados valores do módulo de Weibull demonstram uma grande reprodutibilidade do módulo de ruptura à flexão. Os elevados valores obtidos do módulo de Weibull são reflexos dos cuidadosos preparos das amostras.

A partir das análises de difratometria de raios X foi observada a evolução das fases presentes nas amostras com o aumento da temperatura de sinterização, como a transformação da caulinita em mulita, o que provocou a diferença de coloração das amostras.

**REFERÊNCIAS**

- [1] 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, 2001.
- [2] MACEDO R. S., MWENEZES R. R., NEVES G. A., FERREIRA H. C., Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha, *Cerâmica*, v. 54, p. 411 - 417, 2008.
- [3] SILVA P. L. B., Obtenção e caracterização de cerâmica vermelha utilizando na matéria prima resíduo argiloso do rerrefino de óleos minerais, *Dissertação*, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.
- [4] PINTO M. F., SOUZA S. J. G., HOLANDA J. N. F., Efeito do ciclo de queima sobre as propriedades tecnológicas de uma massa cerâmica vermelha para revestimento poroso, *Cerâmica*, v. 51, p. 225 - 229, 2005.
- [5] VIEIRA C. M. F., MONTEIRO S. N., Influência da temperatura de queima na microestrutura de argilas de Campos dos Goytacazes - RJ, *Cerâmica*, v. 49, p. 6 - 10, 2003.
- [6] PÉREZ C. A. S., PADUANI C., ARDISSORF J. D., GOBB D., THOMÉ, A., Caracterização de massas cerâmicas utilizadas na indústria de cerâmica vermelha em São Domingos do Sul - RS, *Cerâmica Industrial*, v. 15, 2010.
- [7] SANTOS P. S. , Tecnologia de Argilas. 2º edição, Edgard Blucher, 1975, São Paulo.
- [8] PINHEIRO B. C. A., HOLANDA J. N. F., Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha, *Cerâmica*, v. 56, p. 237-243, 2010.
- [9] BACCELLI Jr. G., Avaliação do processo industrial da cerâmica vermelha na região do Seridó - RN, *Tese*, Centro de Tecnologia Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2010.

- [10] RAHAMAN M. N., Ceramic processing, Taylos & Francis, 1950.
- [11] NORTON F.H., Introdução à Tecnologia Cerâmica, Edgard Blucher Ltda, 1973, São Paulo.
- [12] SAAD D. S., Aplicação de técnicas estatísticas multivariadas em dados de cerâmica vermelha produzida na região central do Rio Grande do Sul, *Dissertação*, Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Maria, 2009.
- [13] SANTOS G. S. , Estudo das variáveis de processamento das matérias primas da região do Crato - CE na fabricação de produtos cerâmicos por extrusão e por prensagem, *Dissertação*, Engenharia Mecânica , Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2009.
- [14] CORRÊA K. C., Propriedades mecânicas e microestruturais de porcelanatos submetidos a diferentes tempos de sinterização, *Dissertação*, Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Federal de Ponta Grossa, 2007.
- [15] MENDONÇA M., LAURINDO J. P. R., GARCIA G. C. R., RIBEIRO S., Avaliação das propriedades tecnológicas de amostras queimadas a partir de um rejeito argiloso em função da temperatura., *55° Congresso Brasileiro de Cerâmica*, 2011, Porto de Galinhas PE.
- [16] OLIVEIRA V. M. C, VIDAL A. B., RIBEIRO S., Efeitos da temperatura de queima nas propriedades de cerâmicas produzidas a partir de um rejeito argiloso, *56° Congresso Brasileiro de Cerâmica*, 2012, Curitiba PR.
- [17] L. H. V. VLACK L.H., Propriedades dos materiais cerâmicos, 5° edição Editora Edgard Blucher, 1973.
- [18] GARCIA G. C. R., Estudo do comportamento ao dano por choque térmico de um concreto refratário, contendo agregados de andaluzita, sinterizado em diferentes temperaturas, *Dissertação* Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São

Paulo, 2010.

- [19] MORRELL R., Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics - An Introduction for the Engineer and Designer, Her Majesty's Stationery Office, 1985.
- [20] CALLISTER Jr.W. D.,Ciência e engenharia de materiais: uma introdução, 7ª Edição, Livros Técnicos e Científicos Editora S. A., 2008, Rio de Janeiro.
- [21] ZANOTTO E. D., MIGLIORE Jr. A. R., Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: Uma introdução, *Cerâmica*, v. 37, n. 247, p. 7 - 16, 1991.
- [22] MENEGAZZO A.P.M., PASCHOAL J. O. A., ANDRADE A. M., CARVALHO J. C. e GOUVÊA D., Avaliação da Resistência Mecânica e Módulo de Weibull de Produtos Tipo Grês Porcelanato e Granito, *Cerâmica Industrial*, v. 7, 2002.
- [23] MORAIS A. S. C., Incorporação de resíduo de vidro de lâmpada fluorescente em cerâmica vermelha, 169 p. *Tese* – Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2013.
- [24] REED J. S., Principles of Ceramics Processing, New York: John Wiley & Sons, 1995.