



Dissertação de Mestrado

**"Estudo da viabilidade da utilização de rejeitos de
pedra-sabão na produção de materiais cerâmicos"**



Autor: Moisés Paulo Teixeira
Orientador: Prof. Fernando Gabriel da Silva Araújo
Coorientador: Prof. Itavahn Alves da Silva

Abril de 2017



Moisés Paulo Teixeira

"Estudo da viabilidade da utilização de rejeitos de pedra-sabão na produção de materiais cerâmicos"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Fernando Gabriel da Silva Araújo

Coorientador: Prof. Itavahn Alves da Silva

Ouro Preto, abril de 2017

T266e

Teixeira, Moisés Paulo.

Estudo da viabilidade da utilização de rejeitos de pedra-sabão na produção de materiais cerâmicos [manuscrito] / Moisés Paulo Teixeira. - O.
100f.;

Orientador: Prof. Dr. Fernando Gabriel da Silva Araújo.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto, Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação, REDEMAT, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Processos de Fabricação.

1. Resíduos - Pedra-sabão. 2. Material cerâmico. 3. Reaproveitamento (Sobras, refugos, etc.). I. Araújo, Fernando Gabriel da Silva. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDD: 62-5

Catálogo: www.sisbin.ufop.br



"Estudo da Viabilidade da Utilização de Rejeitos de Pedra-Sabão na Produção de Materiais Cerâmicos"

Autor: Moisés Paulo Teixeira

Dissertação defendida e aprovada, em 26 de abril de 2017, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Prof. Fernando Gabriel da Silva Araújo (Doutor) – Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto

Prof. Fernando Leopoldo von Krüger (Doutor)
Fundação Gorceix

Prof. Jefferson Januário Mendes (Mestre)
Instituto Federal de Minas Gerais - Campus Congonhas

Prof. Itavahn Alves da Silva (Doutor) – Co-Orientador
Universidade Federal de Ouro Preto

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao meu grande Deus que sempre está comigo capacitando-me e me inspirando para que eu possa desempenhar de maneira agradável as obrigações diárias. Devido algumas circunstâncias que ocorreram durante o desenvolvimento desse trabalho, achei de não poder concluí-lo, mas Deus na sua infinita misericórdia me abençoou e fez com que eu retomasse o meu trabalho. Sou sempre grato a Ele.

Quero agradecer também ao meu orientador Fernando Gabriel e ao meu coorientador Itavahn Silva. Sempre quando precisei, eles estavam prontos para me ajudar, orientar, ensinar. Fico feliz por ter conhecido pessoas que contribuíram para a minha formação e que são exemplos de profissionais dedicados e que amam o que faz.

Agradeço também a minha linda noiva que sempre me incentivou a concluir o trabalho. Depositando sempre aquela fé sobre mim, com aquela preocupação que só ela tem. Deus abençoe a sua vida mais e mais.

À Fundação Gorceix, principalmente a Ana Paula, juntamente com o professor Fernando Krüger que muito me ajudaram nos ensaios realizados nessa pesquisa. Serei sempre agradecido a vocês.

Ao Sidney e Anísio do Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas – UFOP. Muito obrigado pela colaboração nos ensaios mecânicos. Agradeço também ao Paulo e Graciliano. Peço desculpa se esqueci de alguém, mas a todos que me ajudaram, o meu muito obrigado. Deus abençoe a todos vocês.

Agradeço ao Heric e a Fabiane pela contribuição de vocês nesse trabalho. Vocês tiveram uma participação muito importante nele.

Às empresas Ouro Preto Pedra-Sabão (OPPS) e Cerâmicas Braúnas por fornecer respectivamente o rejeito de pedra-sabão e a argila para a confecção dos corpos cerâmicos. Muito obrigado pelos materiais fornecidos, sem os quais não teria como realizar o projeto.

Aos meus professores da REDEMAT pelo aprendizado que me proporcionaram, fazendo com que eu avançasse mais um pouco no meu conhecimento. Aos amigos e colegas de estudos pela amizade. Muito obrigado a todos.

E não poderia esquecer da linda família que Deus me deu. Agradeço a vocês e principalmente, minha querida mãe pelas orações e súplicas feitas ao Senhor pela minha vida. Se hoje sou o que sou, dou graças a meu pai e a minha mãe. Deus abençoe a todos vocês grandemente.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE TABELAS.....	xi
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Esteatito	1
1.1.1 Usos e especificações do talco	1
1.2 Argila.....	7
1.3 Materiais cerâmicos	10
1.3.1 Cerâmica estrutural ou vermelha	10
1.3.2 Cerâmica branca.....	12
1.3.3 Revestimentos	14
1.4 Sinterização	15
1.4.1 Sinterização no estado sólido.....	16
1.4.2 Sinterização com fase líquida	18
CAPÍTULO 2 - JUSTIFICATIVA E RELEVÂNCIA DO PROJETO EM FACE AO DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO.....	22
CAPÍTULO 3 - OBJETIVOS.....	23
3.1 Objetivo geral	23
3.2 Objetivos específicos	23
CAPÍTULO 4 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
4.1 Pedra-sabão.....	24
4.2 O mineral talco	32
4.3 Uso do talco para produção de materiais cerâmicos.....	32
CAPÍTULO 5 - MATERIAIS E METODOLOGIA	53
5.1 Homogeneização e quarteamento das matérias-primas.....	53
5.2 Caracterização granulométrica	54

5.3 Caracterização mineralógica.....	54
5.4 Caracterização química.....	54
5.5 Síntese dos materiais cerâmicos	54
5.5.1 Composição das massas cerâmicas e fabricação dos corpos de prova	55
5.5.2 Condições de sinterização das massas cerâmicas	56
5.6 Caracterização das peças cerâmicas	57
5.6.1 Retração linear	57
5.6.2 Absorção de água.....	57
5.6.3 Massa específica aparente.....	57
5.6.4 Porosidade aparente	58
5.6.5 Perda ao fogo	58
5.6.6 Resistência à flexão.....	59
5.6.7 Difração de raios X.....	59
5.6.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	59
CAPÍTULO 6 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	60
6.1 Caracterização granulométrica	60
6.1.1 Rejeito de pedra-sabão.....	60
6.1.2 Argila	60
6.2 Caracterização mineralógica.....	61
6.2.1 Rejeito de pedra-sabão.....	61
6.2.2 Argila	63
6.3 Caracterização química.....	64
6.3.1 Rejeito de pedra-sabão.....	64
6.3.2 Argila	65
6.4 Caracterização das peças cerâmicas	65
6.4.1 Retração linear	65
6.4.2 Absorção de água.....	67

6.4.3 Massa específica aparente	68
6.4.4 Porosidade aparente	70
6.4.5 Perda ao fogo	70
6.4.6 Resistência à flexão.....	72
6.4.7 Difração de raios X	74
6.4.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	77
6.4.9 Cores das cerâmicas	81
CAPÍTULO 7 – CONCLUSÕES	83
CAPÍTULO 8 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	84
CAPÍTULO 9 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	85
Apêndice A: Tabelas de distribuição granulométrica	89
Apêndice B: Ensaio realizados nos corpos cerâmicos	90

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Aplicação das massas de cerâmica vermelha segundo a composição granulométrica (Motta et al., 2001).....	11
Figura 1.2: Desenho esquemático mostrando a curva de densificação de um pó compacto, e os três estágios de sinterização (Kang, 2005).....	16
Figura 1.3: (a) compacto a verde; (b) contornos de grãos são formados nos pontos de contato entre as partículas no compacto durante o estágio inicial de sinterização, reduzindo a energia total do sistema (Chiang et al., 1997).....	17
Figura 1.4: Esquema das etapas de sinterização de pós-cerâmicos: (a) compacto a verde; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário e (d) estágio final (Chiang et al., 1997).....	18
Figura 1.5: O ângulo diedral para um sistema sólido-líquido é evidente pela ranhura no contorno de grão que se forma onde o contorno surge no líquido. A parte inferior da figura mostra o vetor de equilíbrio utilizado para conectar as energias de superfície () ao ângulo diedro (German et al., 2009).	19
Figura 1.6: Desenho esquemático mostrando as alterações microestruturais durante a sinterização com fase líquida, começando com uma mistura de pós e poros entre as partículas (German et al., 2009)...	20
Figura 4.1: Exportação brasileira de talco e outras cargas minerais (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).....	25
Figura 4.2: Importação brasileira de talco e outras cargas minerais (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).....	26
Figura 4.3: Distribuição regional da produção de talco bruto (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).	27
Figura 4.4: Distribuição regional da produção de talco beneficiado (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).....	27
Figura 4.5: Distribuição regional do consumo do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).	28
Figura 4.6: Distribuição regional do consumo do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).	29
Figura 4.7: Setores de consumo/uso do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).....	30
Figura 4.8: Setores de consumo/uso do talco e outras cargas minerais beneficiados (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).	31
Figura 4.9: Estrutura cristalográfica do talco (http://www.imerystalc.com).....	32
Figura 4.10: Retração (a) e taxa de retração (b) no comportamento das composições TA1 e TA5 (Vela et al. 2007).....	35

Figura 4.11: Detalhe de partículas de BaO formadas na composição TA1 queimado a 1000°C como um resultado da descarbonatação do BaCO ₃ (MEV micrografia da amostra polida) (Vela et al. 2007).....	36
Figura 4.12: Densificação das composições de TA como uma função da temperatura de sinterização (Vela et al. 2007).....	37
Figura 4.13: Resistência ao impacto das peças de cerâmicas queimadas e preparadas a partir de cinzas em suspensão (100-0%p/p) + talco (0-100% p/p) misturados com HMFS (10% p/p) (Chandra et al. 2005).....	38
Figura 4.14: Retração linear e densidade aparente das peças cerâmicas queimadas (Chandra et al. 2005).	39
Figura 4.15: Perda de peso das peças cerâmicas queimadas a 950°C (Chandra et al. 2005).	39
Figura 4.16: Absorção de água pelas peças de cerâmicas queimadas e preparadas a partir da mistura cinza em suspensão/talco (Chandra et al. 2005).....	40
Figura 4.17: MEV do talco com 10% de H ₃ PO ₄ (Chandra et al. 2004).	41
Figura 4.18: MEV do talco com 10% de Na ₂ CO ₃ (Chandra et al. 2004).	41
Figura 4.19: MEV do talco com 10% de Na ₂ CO ₃ (Chandra et al. 2004).	42
Figura 4.20: Coeficientes de expansão térmica linear das amostras S, SC5, SC10, SC20 e C nas temperaturas de sinterização de: (a) 1200°C, (b) 1300°C e (c) 1350°C (Gökçe et al. 2011).....	47
Figura 4.21: Densidade da cerâmica de esteatita em função da temperatura de sinterização e da quantidade de óxido de bário adicionado (Soykan, 2007).....	48
Figura 4.22: Difratoograma de raios-X das cerâmicas com 1,5% de óxido de bário sinterizadas a 1000°C, 1100°C e 1200°C (P, protoenstatita; Q, quartzo; B, silicato de alumínio e bário) (Soykan, 2007).	48
Figura 5.1: Vista aérea da fábrica (OPPS, 2013).....	53
Figura 5.2: Molde utilizado para a confecção dos corpos cerâmicos.....	56
Figura 6.1: Distribuição granulométrica do rejeito de pedra-sabão.	60
Figura 6.2: Distribuição granulométrica do rejeito de pedra-sabão.	61
Figura 6.3: Difratoograma de raios-X do rejeito de pedra-sabão.	62
Figura 6.4: Micrografias do rejeito de pedra-sabão: a) Dolomita (CaMg (CO ₃) ₂) b) Dolomita e talco (Mg ₃ (Si ₄ O ₁₀)(OH) ₂), c) Magnetita (Fe ₃ O ₄ – círculo em vermelho) e Clinocloro ((Mg,Fe ²⁺) ₅ Al((OH) ₈ /AlSi ₃ O ₁₀) – círculo em azul), d) Actinolita (Ca ₂ (Mg,Fe) ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂), e) Pirrotita (Fe _(1-x) S (com x variando de 0 a 0,2)), f) Pirita (FeS ₂).....	63
Figura 6.5: Difratoograma de raios-X da argila.	64
Figura 6.6: Superfície de resposta para a retração linear após a queima.	66
Figura 6.7: Gráfico normal para efeitos padronizados para a retração linear após a queima.	66
Figura 6.8: Superfície de resposta para a absorção de água dos corpos cerâmicos.....	67

Figura 6.9: Gráfico normal para efeitos padronizados para absorção de água.....	68
Figura 6.10: Superfície de resposta para a massa específica aparente.	69
Figura 6.11: Gráfico normal para efeitos padronizados para a massa específica aparente.	69
Figura 6.12: Superfície de resposta para a porosidade aparente.....	70
Figura 6.13: Superfície de resposta para a perda ao fogo.....	71
Figura 6.14: Gráfico normal para efeitos padronizados para a perda ao fogo.....	72
Figura 6.15: Superfície de resposta para a resistência à flexão.	73
Figura 6.16: Gráfico normal para efeitos padronizados para a resistência à flexão.	74
Figura 6.17: Difrátogramas de raios-X da argila.....	75
Figura 6.18: Difrátogramas de raios-X da argila, do rejeito de pedra-sabão, e dos corpos cerâmicos com 30% de rejeito queimados à 900°C, 1000°C e 1200°C.	77
Figura 6.19: MEV das cerâmicas queimadas a 900°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 1000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.	79
Figura 6.20: MEV das cerâmicas queimadas a 1000°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 1000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.	80
Figura 6.21: MEV das cerâmicas queimadas a 1200°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 2000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.	81
Figura 6.22: Cores das cerâmicas: (a) depois de secas à 110°C (b) queimadas à 900°C, 1000°C e 1200°C.	82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1: Propriedades tecnológicas e características intrínsecas do talco (Luz, 2005).	1
Tabela 1.2: Principais usos e especificações do talco (Pontes e Almeida, 2005).....	4
Tabela 1.3: Indústrias que utilizam argilas no Brasil e seu uso (Santos, 1975).	7
Tabela 1.4: Principais setores cerâmicos e seus produtos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação (Motta et al., 2001).....	9
Tabela 1.5: Produção Brasileira de Cerâmica Vermelha (10 ⁹ peças) (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: http://www.mme.gov.br).	12
Tabela 1.6: Subsetores e características das cerâmicas brancas (Motta et al., 2001).	13
Tabela 1.7: Produção brasileira de cerâmica branca. (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: http://www.mme.gov.br).....	14
Tabela 1.8: Evolução da produção de revestimentos cerâmicos no Brasil. (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: http://www.mme.gov.br).	14
Tabela 4.1: Principais estatísticas do talco e pirofilita no Brasil (Amaral, 2011).	24
Tabela 4.2: Relações molares das composições preparadas (Vela et al., 2007).	33
Tabela 4.3: Composições das massas estudadas expressas em porcentagem mássica (Marino et al., 2000).....	43
Tabela 4.4: Propriedades dos corpos queimados (1130°C, 12°C/min., 30min.) (Marino et al., 2000).	43
Tabela 4.5: Coeficientes de expansão térmica linear (Marino et al., 2000).	44
Tabela 4.6: Análise química das matérias primas natural (Gökçe et al., 2011).	45
Tabela 4.7: Propriedades físicas das cerâmicas de esteatita/cordierita sinterizadas (Gökçe et al., 2011).	45
Tabela 4.8: Análise química do esteatito (Panzera et al., 2010).....	49
Tabela 4.9: Análise química da argila (Panzera et al., 2010).	50
Tabela 4.10: Análise química do esteatito (Strecker et al., 2010).	51
Tabela 5.1: Composição da mistura da massa cerâmica.	55
Tabela 5.2: Distribuição dos corpos de prova segundo a composição e a temperatura de sinterização.	56
Tabela 6.1: Análise química do rejeito de pedra-sabão.....	64
Tabela 6.2: Análise química da argila	65

RESUMO

O uso de rejeitos para a síntese de novos materiais é uma preocupação mundial nos dias atuais. Um estudo da viabilidade da utilização de rejeito de pedra-sabão para a produção de materiais cerâmicos foi realizado visando agregar valor a esse material e amenizar ou até mesmo erradicar esse passivo ambiental. Para isso foram produzidos corpos cerâmicos contendo 0%, 10%, 20%, 30% 40% e 50% de rejeito incorporados em argila. Depois de secos em estufa a 110°C durante 24 horas, eles foram queimados a 900°C, 1000°C e 1200°C. Depois de queimadas as propriedades mecânicas das cerâmicas como: resistência à flexão, porosidade aparente, massa específica aparente, absorção de água, retração linear e perda ao fogo foram avaliadas. Os corpos cerâmicos foram também estudados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X. Os resultados mostraram que a adição de pedra-sabão numa proporção superior a 20% na massa cerâmica quando comparada com a massa cerâmica sem adição de rejeito, melhorou a resistência à flexão do material quando eles foram queimados a uma temperatura de 900°C ou 1000°C. Na temperatura de 1200°C e com a adição de 30% de rejeito, foi obtida a fase cordierita. Esse fato torna esses materiais viáveis para a produção de componentes para suporte de catalisador, filtros, placas para circuitos integrados, refratários de fornos e isolantes térmicos. Ficou evidenciado então, que a adição de rejeito de pedra-sabão à massa cerâmica, para a produção de cerâmica estrutural, mostrou-se viável do ponto de vista técnico.

Palavras chave: Rejeito de pedra-sabão, materiais cerâmicos, reaproveitamento de rejeitos.

ABSTRACT

The use of tailings for the synthesis of new materials is a worldwide concern today. A study of the feasibility of using tailings of soapstone for the production of ceramic materials has been carried out to add value to this material and minimize or even eradicate this environmental liability. Ceramic bodies were produced containing 0%, 10%, 20%, 30% 40% and 50% of tailings incorporated in clay. After dried in an oven at 110°C for 24 hours, they were fired at 900°C, 1000°C and 1200°C. After firing, the properties of the ceramics such as flexural strength, porosity, apparent specific mass, water absorption, linear retraction and loss on ignition were evaluated. The ceramic bodies were also studied by scanning electron microscopy (SEM) and X-rays diffraction. The results showed that the addition of soapstone in proportions greater than 20% in the ceramic body as compared with the ceramic mass without addition of tailings, improved flexural strength of the material when they were fired at a temperature of 900°C or 1000°C. The cordierite phase was formed at the temperature of 1200°C and with the addition of 30% tailings. This fact makes these ceramics viable for the production of components for catalyst supports, filters, boards for integrated circuits, refractory ovens and thermal insulation. It was evident then that the addition of tailings of soapstone to the ceramic mass, for the production of structural ceramics, proved to be feasible from a technical point of view.

Key words: Tailings of soapstone, ceramic materials, reuse of tailings.

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 Esteatito

Conhecido comumente como pedra-sabão, o esteatito tem origem metamórfica. É composto principalmente pelo mineral talco (esteatita), um filossilicato de magnésio hidratado, com fórmula $Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$ (MOREIRA, 1994). O talco é composto por 31,7% de MgO, 63,5% de SiO_2 e 4,8% de H_2O formando $Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$ (FILHO, 1997). As rochas talcosas estão entre as classificadas como rochas industriais, definidas como todas aquelas utilizadas pela indústria, excluindo os minerais metálicos e os combustíveis fósseis. São usadas em vários setores da indústria. Servem de componentes para produção de cerâmicas de revestimento, tecidos, defensivos agrícolas, tintas, vernizes, produtos farmacêuticos, cosméticos, velas, sabão e materiais plásticos (MOREIRA, 1994).

As propriedades tecnológicas do talco estão diretamente ligadas às suas características intrínsecas de composição. Esta relação está apresentada na Tabela 1.1.

Tabela 1.1: Propriedades tecnológicas e características intrínsecas do talco (Luz, 2005).

Propriedades Tecnológicas	Características Intrínsecas
Inércia química e alvura	Composição química
Baixa condutibilidade térmica Baixa condutibilidade elétrica Resistência ao choque térmico	Composição química e estrutura cristalina
Alta capacidade de absorção de óleos e graxas Alto poder lubrificante	Hidrofobicidade natural e estrutura cristalina
Suavidade ao tato	Gênese e estrutura cristalina

Segundo Pinheiro (1973), as jazidas de talco e esteatito do estado de Minas Gerais são produtos de metamorfismo de basaltos, diabásios e anfibólitos. Na região de Ouro Preto, estas jazidas derivam de derrames básicos que formaram, por metamorfismo, pacotes de talco xisto, onde se individualizam camadas de talco compacto. A espessura das camadas talcosas situa-se em torno de 0,80 a 1m.

1.1.1 Usos e especificações do talco

As propriedades do talco são importantes para a fabricação de muitos produtos industriais. Sua aplicação e quantidade utilizada diferenciam de acordo com os vários setores

da indústria e com as características dos produtos que se quer obter. Dentro dos setores industriais podem ser citados como os mais importantes (CAMPOS, 2001):

Cerâmica: o talco faz aumentar a resistência ao choque térmico, à resistência mecânica, a resistência ao ataque de álcalis e a resistência elétrica em altas temperaturas. Por outro lado, diminui a retração de queima, a temperatura de maturação de massa, a expansão por absorção de água e a perda dielétrica.

Papel: na fabricação de papel são consideradas a alvura, a geometria das partículas, abrasividade, composição e propriedades químicas do talco. Para esse uso, o mineral deve ser puro e ter alto índice de refração garantindo assim a opacidade. Tem que ser quimicamente inerte já que é usado como carga e como pigmento alvejante.

Borracha: é utilizado como elemento pulverizante para evitar que os produtos fiquem presos aos moldes no processo de fabricação.

Tinta e verniz: quando de formação lamelar, pode ser utilizado como carga e pigmento. Quando possui formação fibrosa é comumente usado como agente de suspensão.

Defensivos agrícolas: usado como carga inerte principalmente em inseticidas.

Produtos farmacêuticos: utilizado como carga para pomadas, cremes pós, granulados e na fabricação de cápsulas, comprimidos e drágeas.

Perfumaria, sabão e velas: setores de grande participação e que exigem material de alta pureza. Grande parte do talco destinado a essas indústrias passa por processos de beneficiamento para atingir a qualidade exigida, conseqüentemente, obriga ao desenvolvimento constante de tecnologias de beneficiamento. Por ter as propriedades de adsorção e fluidez, é usado como suporte para pigmentos orgânicos e inorgânicos.

Materiais plásticos: utilizado como carga e reforço para produção de artefatos diversos, baquelite, polipropileno e massa plástica. Exige granulometria pré-determinada e baixo teor de Fe_2O_3 . Usado como carregamento para correção de problemas de deformidade em peças de poliamida injetadas.

Tecidos: utilizado para dar peso e alvejar tecidos, barbantes e fios.

Produtos alimentares: usado para polimento no beneficiamento de arroz, clarificante para óleos comestíveis e agentes em pó na manufatura de balas e doces.

Em outros casos, o talco é usado como escorificante e estabilizador do arco elétrico em eletrodos para solda e na composição da massa de minas para lápis.

As especificações do talco mostrados na Tabela 1.2, são resultantes de contatos com produtores e consumidores do talco como matéria-prima para os diferentes usos industriais devido a uma não padronização internacional (Pontes e Almeida, 2005).

Observa-se nessa tabela, que para cada tipo de material produzido utilizando talco, deve ser levado em consideração o tamanho de partícula, a composição química, a alvura e a composição mineralógica. Além disso, o talco adicionado confere algumas propriedades ao material produzido como pode ser observado na tabela. Nos materiais cerâmicos, a presença de MgO (óxido de magnésio), garante uma maior estabilidade ao choque térmico, evitando assim, a formação de trincas durante o aquecimento.

Tabela 1.2: Principais usos e especificações do talco (Pontes e Almeida, 2005).

Usos	Tintas (Espalhador)	Tintas (Pigmentos)	Cosméticos (Carga)	Papel (Cobertura)	Cerâmica (Branca)
Tamanho	100% < 200# 96,5% < 325#	100% < 325#	99,6% < 325#	98,8 a 99,9% < 325 #	97% < 325# 100% < 200#
Composição Química	SiO ₂ +MgO 75% Al ₂ O ₃ 2% H ₂ O+M.Vol. 1% Perda ao Fogo 7%	SiO ₂ : 50 a 65% MgO: 24 a 32 % MgO + SiO ₂ 88 % CaO 9 %; CO ₂ 1 % Al ₂ O ₃ +Fe ₂ O ₃ 6 % H ₂ O + MV 1 % Perda ao Fogo 7 %	Chumbo < 20 ppm Fe ₂ O ₃ < 0,75 Solução Ac. < 2 % Sol. H ₂ O < 0,2 % As < 3 ppm pH : 6,5 até 9,5 % Sol.CaO < 1,5 % Perda Fogo: 3 a 8 %	CaCO ₃ < 4 % Fe ₂ O ₃ 2% MgO: 30,7 a 31,7 % SiO ₂ : 47,4 a 58,2 % CaO: 0,3 a 1 % Al ₂ O ₃ : 0,4 a 1 % PF: 6,9 a 20,3 %	Fe ₂ O ₃ 1,5 % CaO 1,5 % Al ₂ O ₃ 4 %
Alvura (ISO)*	65 - 87	77 - 87	82 – 89,5	74 - 84	> 77
Mineralogia	Partículas lamelares	Partículas fibrosas (tremolítico)	Ausência tremolita e carbonatos	Isento de tremolita	Minerais que não o talco: máx. 5 a 10%
Propriedades	Inércia química, Hidrofobicidade, Alvura	Alvura, Inércia química, Adsorção de óleos 27 a 31%	Hidrofobicidade natural, Leveza, Lisura, Maciez, Inércia química, Alvura	Hábito placóide, Inércia química, Alvura	Fundente
Outros	Peso específico 2,8 a 2,9.	Peso específico 2,8 a 2,9.	X	Peso específico 2,8 a 2,9. Partículas lamelares	MgO: o mais alto possível

Tabela 1.2: Principais usos e especificações do talco (Continuação)

Usos	Borracha (lubrificante)	Sabão 1ª linha Sabão 2ª linha	Inseticida	Têxteis	Papel (carga)	Rações (veículo)	Fertilizantes
Tamanho	99% < 325#	99% < 325#	90% < 325#	sem resíduos arenosos	95% < 400#	95% < 200#	95% < 200#
Composição Química	SiO ₂ = 60 a 63 % MgO = 26 a 33 % Fe ₂ O ₃ +Al ₂ O ₃ 2 % Mn < 0,01 % Cu < 0,002 % Perda são fogo = 5 %	Al ₂ O ₃ = 5 % MgO 30,6 % SiO ₂ = 54 % Fe ₂ O ₃ = 0,8 % CaO = 0,1 %	pH 8	X	X	X	X
Alvura (ISO)*	Branco	claro (1ª linha) escuro (2ª linha)	X	X	54 a 75	X	X
Mineralogia	X	X	X	Sem minerais de alta dureza	X	Sem minerais de dureza > 4	X
Propriedades	Hidrofobicidade, Inércia química	Inércia química, Alvura	Inércia química	Alvura	Inércia química, hidrofobicidade	Inércia química	Inércia química
Outros	Umidade 3%	Umidade < 1%. Perda ao fogo 3%	Adsorção	X	X	Umidade 3 a 5 %	Umidade 3 a 5 %

Tabela 1.2: Principais usos e especificações do talco (Continuação)

Usos	Plástico (carga e reforço)	Plástico (antiaderente)
Tamanho	100% < 200#	100% < 325#
Composição Química	X	X
Alvura (ISO)*	74	74
Mineralogia	Talco ou pirofilita	Talco ou pirofilita
Propriedades	Inércia química, alvura	Inércia química, alvura
Outros	Isento de umidade	Acidez baixa

*(ISO) – International Standard Organisation

1.2 Argila

Segundo Santos (1975), a argila é um material natural, terroso, de granulação fina (maior parte das partículas com diâmetro menor que $2\mu\text{m}$), que adquire certa plasticidade quando misturado com água. Quimicamente as argilas são formadas essencialmente de silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio.

As argilas têm grande importância em várias indústrias, como exemplo: metalúrgica, de petróleo, de borracha, de papel e de cerâmica (Santos, 1975).

É conhecido que todas as argilas são constituídas essencialmente por partículas cristalinas muito pequenas com um número restrito de minerais conhecidos como argilominerais. Uma argila qualquer pode ser constituída de partículas de um argilomineral ou por uma mistura de diversos argilominerais. Os argilominerais são constituídos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, e pode conter ainda, teor de elementos alcalinos e alcalinos terrosos. Além dos argilominerais, as argilas contêm outros materiais e minerais como matéria orgânica, sais solúveis e partículas de quartzo, pirita, mica, calcita, dolomita e outros minerais residuais, e também podem conter minerais não cristalinos ou amorfos (Souza, 1975).

A Tabela 1.3 mostra as diversas aplicações industriais das argilas no Brasil.

Tabela 1.3: Indústrias que utilizam argilas no Brasil e seu uso (Santos, 1975).

Indústria	Uso
Cerâmicas	Fabricação de cerâmica vermelha (tijolos, telhas, ladrilhos de piso, lajes e material ornamental), de cerâmica branca (material sanitário, louça doméstica, azulejos e pastilhas, porcelana doméstica, de laboratório e técnica) e de material refratário (sílico luminosos e aluminosos).
Borrachas e plásticos	Utilizadas como cargas ativas e inertes.
Papel e papelão	Utilizadas como carga e como cobertura.
Metalúrgica	Utilizadas como aglomerante de areias de moldagem para a fundição de metais e para pelotização de minérios de ferro.
Inseticidas e pesticidas	Utiliza argilas como diluentes primários e secundários (pós-inertes).
Óleos comestíveis e derivados do petróleo	Utilizadas como agentes descorantes de óleos vegetais e minerais.
Petróleo	Utilizadas como agentes tixotrópicos em lamas para a perfuração de poços de sondagem de petróleo, como catalisadores no craqueamento de petróleo para a produção de gasolina.
Outras	Utilizadas na manufatura de minas de lápis, como carga para sabão de tecidos, como pigmento para tintas, na fabricação de cimentos e de produtos farmacêuticos.

Argila como matéria-prima cerâmica

As principais aplicações das argilas na indústria de materiais cerâmicos estão na produção de cerâmicas branca, vermelha e de revestimento, que podem ser classificadas com base em critérios de uso final dos seus produtos. A Tabela 1.4 apresenta os diversos setores cerâmicos e seus produtos e as respectivas matérias-primas utilizadas, bem como algumas características do processo de fabricação.

Tabela 1.4: Principais setores cerâmicos e seus produtos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação (Motta et al., 2001).

CLASSIFICAÇÃO		PRODUTO	Matéria-prima								Moagem via úmida	Moagem via seca	Processo de conformação				Temperatura de Queima (°C)						
Tipo de cerâmica	Grupo/Setor		Plástica			Não plástica							Extrusão	Tornearia	Prensagem	Colagem	800	900	1000	1100	1200	>1200	
			Argila comum	Argila plástica	Caulim	Feldspato	Filito	Talco	Calcário	Quartzo													Outros
Cerâmica silicática de base argilosa (ou tradicional)	1	Cerâmica Vermelha	Blocos, lajes	P									P										
			Telha	P				O						P		P							
			Agregado leve	P								O			P								
	2	Cerâmica Branca	Grés sanitário		P	S	P		O		S	O	P										
			Porcelana mesa		P		P					P		P	S	S							
			Porcelana elétr.		P		P					P		P	S	S							
			Faiança		P	O	S	S	S	P	S		P										
	3	Revestimentos	Pisos rústicos	P	O							O		P									
			Pisos via seca	P									P			P							
			Azulejo		P	P			O	S	S		P			P							
			Piso gresificado	O	P	S	S	P	O		S		P	O		P							
			Grés porcelânico		P	S	P		O		S	O	P			P							
Outros	4	Refratários			O					O	P												
	5	Isolantes				O				O	P												
	6	Especiais								O	P												
	7	Cimento		S						P	S	O		P									
	8	Vidro				S				S	P	P											

P: Processo ou composição principal (>20%) S: Processo ou composição secundária (<10%) O: Processo ou composição ocasional

Principais setores cerâmicos e seus produtos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação (Motta et al., 2001).

1.3 Materiais cerâmicos

O termo “cerâmica” vem da palavra grega *keramikos*, que significa “matéria queimada”. Isto significa que as propriedades desejáveis desses materiais são atingidas normalmente por um processo de tratamento térmico a alta temperatura chamado de cozimento (Callister, 2008).

Segundo Callister (2008), as cerâmicas são constituídas entre elementos metálicos e não metálicos, sendo constituída na maioria das vezes em óxidos (Al_2O_3 e SiO_2), nitretos (Si_3N_4) e carbetos (SiC). Existem ainda as cerâmicas tradicionais que são aquelas constituídas por minerais argilosos. Com relação ao comportamento mecânico, os materiais cerâmicos são relativamente rígidos e resistentes. Por outro lado, elas são muito frágeis e com alta tendência de fraturar. Os materiais cerâmicos são tipicamente isolantes à passagem de calor e eletricidade e são mais resistentes a altas temperaturas e a ambientes severos do que os metais e polímeros. As cerâmicas podem ser transparentes, translúcidas ou opacas em relação às suas propriedades ópticas. Algumas à base de óxidos, como por exemplo, Fe_3O_4 , exibem comportamento magnético.

Serão tratadas neste trabalho as cerâmicas vermelha, branca e de revestimento devido elas estarem enquadradas dentro das cerâmicas tradicionais ou silicáticas que são de base argilosa.

1.3.1 Cerâmica estrutural ou vermelha

Os principais produtos dessa classe de cerâmicas são: tijolos, blocos, telhas, tubos, lajes para forro, lajotas, vasos ornamentais, agregados leve de argila expandida e outros.

De acordo com Motta et al. (2001), em termo de matéria-prima, o setor de cerâmica vermelha utiliza basicamente argila comum, em que a massa é tipo monocomponente - só argila. Para a preparação dessa massa é feita geralmente uma mistura de uma argila “gorda“, que é caracterizada pela alta plasticidade, granulometria fina, e composição essencialmente de argilominerais; com uma argila “magra“, que é rica em quartzo e menos plástica, podendo ser classificada também como material redutor de plasticidade. O diagrama de Winkler mostrado na Figura 1.1 prevê a composição granulométrica das massas e seus respectivos campos de aplicação.

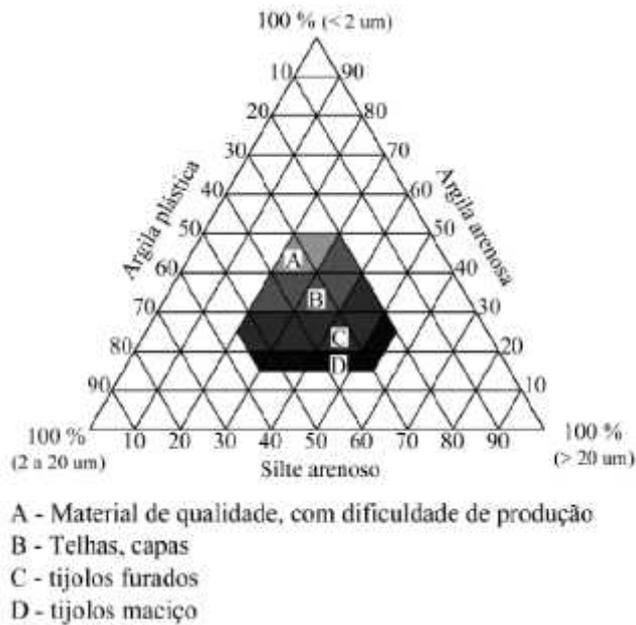


Figura 1.1: Aplicação das massas de cerâmica vermelha segundo a composição granulométrica (Motta et al., 2001)

Além da composição granulométrica, que reflete o conteúdo de argilominerais e quartzo, as argilas contêm também proporções variadas de matéria orgânica. Este material orgânico contribui para maior plasticidade e resistência mecânica a cru das peças (Motta et al., 2001).

Continuando o processo de fabricação a massa cerâmica é umidificada acima do limite de plasticidade (geralmente acima de 20%), misturada e homogeneizada e em seguida conformada. Para a produção de blocos, lajes, lajotas, tubos é usada uma extrusora; para a produção de telhas é feita a prensagem num molde específico; para a produção de vasos é utilizado o torno; para a produção de agregado leve é utilizado forno rotativo no qual a massa cerâmica é queimada numa temperatura que pode variar de 1100 a 1200°C, proporcionando assim, grande quantidade de fase vítrea. Exceto o agregado leve, a maioria dos produtos cerâmicos apresentam alta porosidade aberta, com pouca fase vítrea, decorrente da baixa temperatura de queima (800 a 900°C). Para telhas e blocos estruturais, a exigência técnica é mais rigorosa e requer uma maior sinterização das peças (Motta et al., 2001).

A Tabela 1.5 mostra a produção brasileira de cerâmica vermelha de 2007 a 2011 de acordo com o Anuário Estatístico do Setor de Transformação de não metálicos (2012) do Ministério de Minas e Energia. Nota-se que há um crescimento na produção dos principais produtos das cerâmicas vermelhas neste período.

Tabela 1.5: Produção Brasileira de Cerâmica Vermelha (10⁹ peças) (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: <http://www.mme.gov.br>).

Produtos	2007	2008	2009	2010	2011
Blocos/Tijolos	53,0	57,0	57,0	59,4	61,5
Telhas	17,4	19,0	19,0	25,4	26,9
Total	70	76	76	85	88

1.3.2 Cerâmica branca

Esta expressão foi usada no passado e se deve à transparência dos vidrados, onde através disto, procurava-se produzir corpos brancos e isentos de manchas (Motta et al., 2001).

Estão agrupados dentro do grupo de cerâmicas brancas vários produtos como, por exemplo: louças, porcelanas, sanitários e porcelanas técnica. As cerâmicas brancas diferenciam das demais pela temperatura de queima pela composição da massa, especificamente pelo tipo de fundente. A massa na qual é feita as cerâmicas brancas é do tipo composta constituindo-se de argilas plásticas de queima branca, caulins, quartzo e fundentes (feldspato, filito, rochas feldspáticas, carbonatos) (Motta et al., 2001).

A cerâmica branca é usualmente classificada dessa maneira pelo fato de absorver um baixo teor de água. As porcelanas, por exemplo, é quando a absorção de água é zero (admite-se até 0,5%); os grês são cerâmicas brancas que absorve baixíssima quantidade de água (geralmente entre 0,5 e 3%); as louças são consideradas os corpos mais porosos (geralmente superior a 3% de absorção de água) (Motta et al., 2001).

Segundo Motta et al. (2001), as cerâmicas brancas podem ser agrupadas em três principais subsetores: porcelana, grés e faiança. Nesta classificação não são levadas em consideração as suas características quantitativas e sim o limite de absorção de água de cada produto. A Tabela 1.6 mostra esses subsetores, bem como, algumas de suas características.

Tabela 1.6: Subsetores e características das cerâmicas brancas (Motta et al., 2001).

Subsetor	Características
Porcelana	<p>Composição: argilominerais (argila plástica e caulim), quartzo e feldspato bastante puros.</p> <p>Temperatura de queima: temperaturas superiores a 1250°C.</p> <p>Absorção de água: apresentam absorção de água próxima a zero (admite-se até 0,5%).</p> <p>Principais produtos: compreendem a porcelana doméstica e de hotelaria (pratos, xícaras, jogos de chá etc.); porcelana elétrica (isoladores e peças para componentes eletroeletrônicos); e porcelana técnica, que apresentam elevada resistência física ou ao ataque químico.</p>
Grês	<p>Composição: feito a partir de matérias-primas menos puras, podendo incluir rochas cerâmicas como granito, pegmatito e filito como fundentes, ao invés de feldspato puro.</p> <p>Temperatura de queima: os produtos são queimados por volta de 1250°C.</p> <p>Absorção de água: apresentam absorção de água reduzida (geralmente entre 0,5% e 3%).</p> <p>Principais produtos: artigos sanitários, também denominados de louças sanitárias, que inclui as diversas peças de lavatório e higiene.</p>
Faianças ou louças	<p>Composição: os produtos faiança são compostos de massas semelhantes ao grês, mas usualmente podem incorporar diferentemente da composição do grês, fundentes carbonáticos, portadores dos minerais calcita e dolomita.</p>

	<p>Temperatura de queima: as peças são fabricadas a temperaturas inferiores a 1250°C.</p> <p>Absorção de água: caracterizam-se pela maior porosidade e conseqüentemente maior absorção de água (> 3%) e menor resistência do que as porcelanas e o grês.</p> <p>Principais produtos: seus produtos incluem aparelhos de jantar, aparelhos de chá, xícaras e canecas, peças decorativas etc.</p>
--	---

A Tabela 1.7 mostra a evolução da produção brasileira de cerâmicas brancas (Louças de mesa e sanitária) no período de 2007 a 2011.

Tabela 1.7: Produção brasileira de cerâmica branca. (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: <http://www.mme.gov.br>).

Ano	2007	2008	2009	2010	2011
Produção (10 ⁶ peças)	194	221	221	238	245

1.3.3 Revestimentos

Este grupo engloba os produtos como azulejos, ladrilhos e pastilhas. O setor de revestimento cerâmico é um segmento que está em expansão e que consome grande quantidade de matérias-primas (Motta et al., 2001). A Tabela 1.8 apresenta a produção brasileira de revestimentos cerâmicos no período de 2007 a 2011. Verifica-se um aumento na produção desses materiais neste período que pode estar relacionado à expansão do ramo de construção civil no Brasil.

Tabela 1.8: Evolução da produção de revestimentos cerâmicos no Brasil. (Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: <http://www.mme.gov.br>).

Ano	2007	2008	2009	2010	2011
Produção (10 ⁶ m ²)	637,1	713,4	714,9	753,5	844,3

Como fator importante no produto cerâmico devem ser ressaltadas as técnicas de moagem e preparação da massa cerâmica. Esses dois processos principais são via seca e via úmida. Na produção de revestimentos via seca é utilizada a massa simples ou natural. A massa que é formada de argila de queima avermelhada é seca abaixo de 5% de umidade, diminui em seguida o tamanho das partículas em moinhos de martelo e/ou pendulares, e posteriormente ela é levemente umidificada, e encaminhada ao processamento cerâmico (prensagem a seco, secagem, decoração e queima). Já na produção dos revestimentos por via úmida que são de base preferencialmente clara, é utilizada massa composta ou artificial. Essa massa é constituída de argilas, caulim, filito, rochas feldspáticas, talco, carbonatos e quartzo, que reúnem os materiais fundentes, inertes e formadores de vidro. A mistura é moída e homogeneizada em moinhos de bola, em meio aquoso; seca e granulada em *spray dryer* (atomizador); e conformada por prensagem a seco, para seguir então para a decoração e queima. Para produção de produtos de aspecto mais rústico, um terceiro processo de fabricação é realizado fazendo a extrusão da massa plástica. Quanto à composição, esses revestimentos cerâmicos podem ser formulados por massa simples ou composta, que em seguida são moídas via seca e via úmida, respectivamente.

1.4 Sinterização

Segundo Kang (2005), a sinterização é uma técnica de processamento usada para produzir materiais e componentes com densidade controlada a partir de metais e/ou pós-cerâmicos, pela aplicação de energia térmica.

A sinterização é uma das mais antigas tecnologias humanas originadas da era pré-histórica através da queima da cerâmica. A produção de ferramentas a partir de ferro esponja também foi possível graças a sinterização. No entanto, foi somente após 1940 que a sinterização foi estudada fundamental e cientificamente. Desde então, desenvolvimentos notáveis em ciência da sinterização foram feitos. Um dos usos mais importantes e benéficos da sinterização na era moderna é na fabricação de peças sinterizadas de todos os tipos, incluindo peças fabricadas através da metalurgia do pó e componentes cerâmicos em grande escala (Kang, 2005).

Diferente de outras tecnologias de processamento, na sinterização várias etapas de processamento e variáveis devem ser consideradas para a produção das peças. Por exemplo, na etapa de moldagem, pode-se utilizar uma simples compactação a seco, prensagem isostática, moldagem por injeção, etc, de acordo com a forma e as propriedades necessárias para o produto final. Dependendo das técnicas usadas para moldar, não apenas as condições de sinterização, mas também as propriedades dos sinterizados podem variar consideravelmente.

Na etapa de sinterização, também, existem várias técnicas e variáveis de processamento e, variações na microestrutura e propriedades dos sinterizados podem ocorrer (Kang, 2005).

A sinterização tem como objetivo geral produzir peças sinterizadas com reprodutibilidade, e se possível, projetar a microestrutura por meio do controle das variáveis de sinterização. O controle microestrutural significa o controle do tamanho de grão, da densidade do sinterizado, e do tamanho e distribuição de outras fases incluindo poros. Na maioria dos casos, o objetivo final do controle microestrutural é preparar um corpo totalmente denso, com uma estrutura de grão fino. Basicamente, os processos de sinterização podem ser divididos em dois tipos: sinterização no estado sólido e sinterização com fase líquida (Kang, 2005).

1.4.1 Sinterização no estado sólido

De acordo com Kang (2005) a sinterização no estado sólido é geralmente dividida em três estágios muitas vezes não distinguíveis entre si: inicial, intermediário e final conforme é apresentado na Figura 1.2. A fase inicial é caracterizada pela formação de pescoços entre as partículas e a sua contribuição para o encolhimento compacto é limitado a 2-3%, no máximo. Durante a fase intermediária, considerável densificação, acima de 93% da densidade relativa, ocorre antes do isolamento dos poros. O estágio final envolve a densificação a partir do estado de poro isolado para a densificação final. Para cada um destes três estágios, modelos simplificados são normalmente usados: o modelo de duas partículas para a fase inicial, o modelo de canal de poros para a fase intermediária, e o modelo de poros isolado para a etapa final.

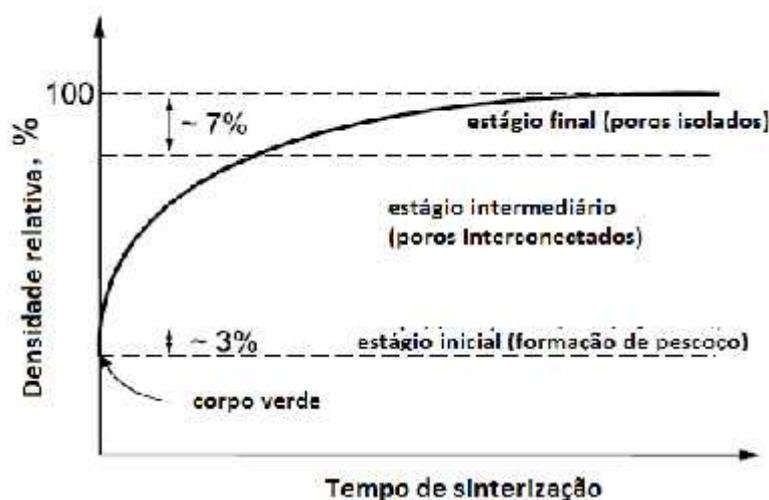


Figura 1.2: Desenho esquemático mostrando a curva de densificação de um pó compacto, e os três estágios de sinterização (Kang, 2005).

No estágio inicial da sinterização as partículas individuais do compacto verde se ligam através do crescimento do pescoço e formação de um contorno de grão na junção entre elas. O crescimento do pescoço é suficientemente pequeno e permite que pescoços próximos cresçam independentes uns dos outros. Esse estágio termina quando os pescoços começam a interagir em consequência de seu crescimento ou a aproximadamente 5% de retração caso ela ocorra. No estágio inicial as partículas permanecem identificáveis, podendo ocorrer uma diminuição de sua rugosidade superficial, enquanto os poros mantêm uma estrutura tridimensional interconectada (porosidade aberta) (Chiang et al., 1997). A Figura 1.3 esquematiza esse estágio.

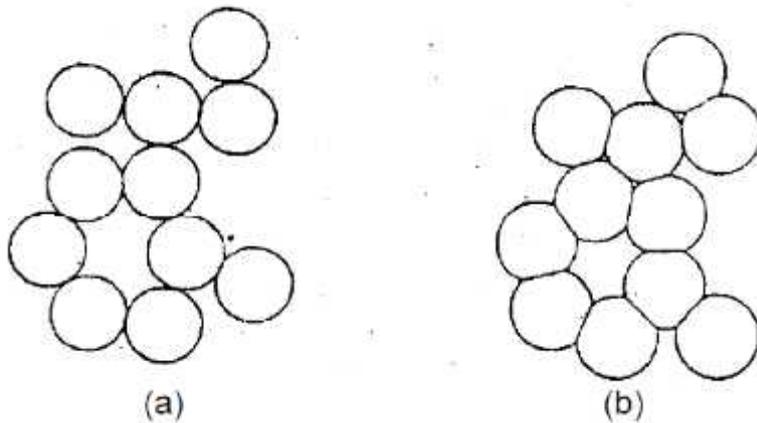


Figura 1.3: (a) compacto a verde; (b) contornos de grãos são formados nos pontos de contato entre as partículas no compacto durante o estágio inicial de sinterização, reduzindo a energia total do sistema (Chiang et al., 1997).

Os outros dois estágios da sinterização, ou seja, o intermediário e o final são decisivos para a densidade final do produto. No estágio intermediário a estrutura dos poros é suavizada formando uma estrutura cilíndrica interconectada (canal de poros). As propriedades do corpo sinterizado se desenvolvem predominantemente neste estágio. Pode ocorrer considerável crescimento de grão nos últimos momentos acarretando porosidade em locais isolados da estrutura. O crescimento do grão e a separação dos poros do contorno de grão prejudicam a densificação do compacto. A rede de poros cilíndricos interconectados se transforma em poros esféricos isolados quando a densidade atinge cerca de 93% da densidade relativa (Chiang et al., 1997).

A partir do último estágio de sinterização o crescimento de grão se torna mais efetivo, e neste estágio, os poros tornam-se esféricos e isolados e para eliminá-los é extremamente difícil nesta etapa. O estágio final corresponde aos poros isolados e fechados que se contraem lentamente através da difusão de vacâncias para o contorno de grão. O tamanho de grão relativo

e a atmosfera dos poros fazem com que a densificação se torne mais sensível, sendo que qualquer gás aprisionado nos poros inibirá a densificação. Outro fator crítico para a continuidade da densificação é a localização dos poros. Os caminhos de difusão dependem de onde o poro está localizado; poros nos contornos de grãos podem ser eliminados por difusão pelo contorno de grão ou difusão pela rede, enquanto poros dentro dos grãos podem somente ser eliminados por difusão pela rede. Para a maioria dos materiais cerâmicos a difusividade pela rede é um processo lento, sendo assim, um processo de pouca efetividade para eliminação dos poros no interior dos grãos (Chiang et al., 1997). A Figura 1.4 apresenta uma representação esquemática dos estágios de sinterização dos pós-cerâmicos.

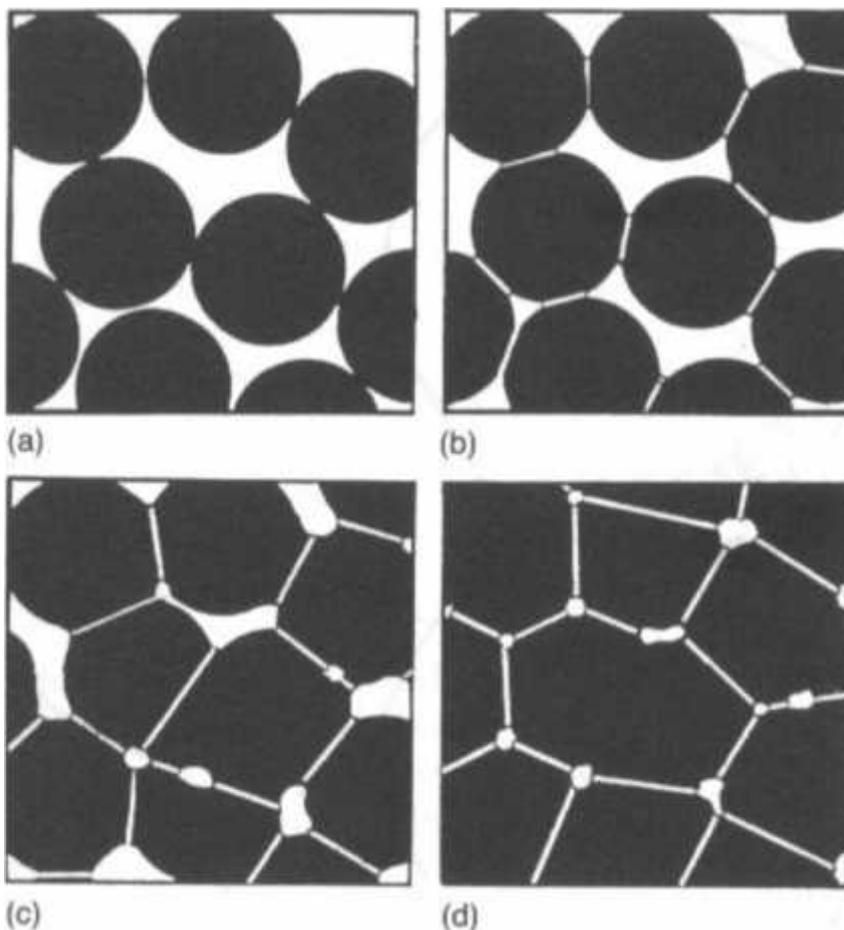


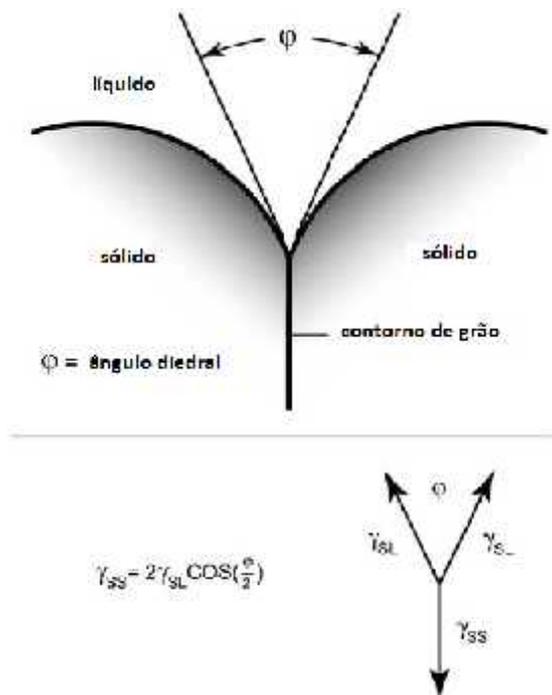
Figura 1.4: Esquema das etapas de sinterização de pós-cerâmicos: (a) compacto a verde; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário e (d) estágio final (Chiang et al., 1997).

1.4.2 Sinterização com fase líquida

A sinterização com fase líquida é uma técnica de consolidação de pós-compactos contendo mais do que um componente, a uma temperatura acima da curva solidus dos componentes e, conseqüentemente, na presença de um líquido. Ao contrário da sinterização no

estado sólido, a variação da microestrutura durante a sinterização na fase líquida é rápida, porque o transporte de material através do líquido é rápido (Kang, 2005).

Segundo Kang (2005) ao se formar uma fase líquida durante o aquecimento da mistura de pó-compacto, o líquido flui em capilares finos devido à diferença de pressão entre os capilares finos e entre os canais das partículas sólidas grosseiras. As partículas sólidas podem ser redistribuídas por este fluxo de líquido e em modelos de sinterização com fase líquida este fenômeno é conhecido como “rearranjo das partículas”. A possibilidade de rearranjo das partículas pelo fluxo de líquido depende de vários fatores incluindo não somente a fração volumétrica de líquido, mas também o ângulo diedral, medida de sinterização, no momento da formação do líquido e tamanho de partícula. Quando o ângulo diedral é maior que 0° , no entanto, o rearranjo das partículas pode ser improvável. Após a formação do líquido, o compacto é composto por três fases: sólido, líquido e vapor. À medida que a sinterização ocorre, a eliminação de poros e o crescimento de grãos ocorrem simultaneamente numa matriz de líquido. A Figura 1.5 mostra o ângulo diedral que se forma entre as partículas no sistema líquido/sólido.



ss = energia da interface sólido-sólido e sl = energia da interface sólido-líquido

Figura 1.5: O ângulo diedral para um sistema sólido-líquido é evidente pela ranhura no contorno de grão que se forma onde o contorno surge no líquido. A parte inferior da figura mostra o vetor de equilíbrio utilizado para conectar as energias de superfície () ao ângulo diedro (German et al., 2009).

De acordo com Kang (2005), dois modelos e teorias têm sido propostos para explicar a densificação durante a sinterização com fase líquida. O primeiro modelo, que foi proposto por Cannon e Lenel, sugere que a sinterização com fase líquida consiste em três fases:

- (i) fluxo de líquido,
- (ii) solução/reprecipitação, e
- (iii) sinterização no estado sólido.

A Figura 1.6 apresenta um esquema mostrando a mudança na microestrutura durante a sinterização com fase líquida. Pela figura pode ser observado que durante o aquecimento das partículas, há formação de uma fase líquida fazendo com que ocorra uma reorganização das partículas sólidas. Para muitos produtos existe uma aniquilação dos poros pela difusão acelerada do líquido que causa alterações na forma do grão e facilita a remoção de poros.

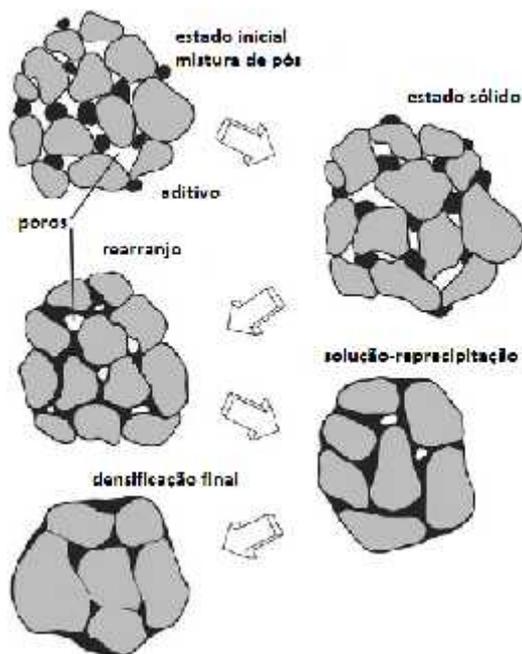


Figura 1.6: Desenho esquemático mostrando as alterações microestruturais durante a sinterização com fase líquida, começando com uma mistura de pós e poros entre as partículas (German et al., 2009).

Baseado nesse modelo, Kingery desenvolveu uma teoria de densificação da sinterização com fase líquida, em particular, para a segunda fase, pelo fato de assumir uma mudança contínua na forma do grão por um achatamento da área de contato entre os grãos, os chamados “achatamento de contato”. Recentes investigações sobre os mecanismos de densificação, no entanto, sugerem que o achatamento de contato, é a chave no mecanismo de

densificação da teoria de Kingery e em suas últimas modificações, é insignificante para a densificação (Kang, 2005).

O segundo modelo para a densificação na sinterização com fase líquida foi proposto por Kwon e Yoon. Com base em observações microestruturais durante a sinterização com fase líquida, propuseram que o preenchimento dos poros pelo líquido foi o processo essencial para a densificação e governou a cinética global da sinterização (Kang, 2005).

CAPÍTULO 2 - JUSTIFICATIVA E RELEVÂNCIA DO PROJETO EM FACE AO DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO

Os materiais cerâmicos têm ampla aplicação no dia a dia. Como exemplos, eles podem ser aplicados desde artefatos domésticos até na construção civil. Através destes fatos e levando em consideração principalmente à recuperação de regiões mineradoras de pedra-sabão, pretende-se neste projeto de pesquisa desenvolver um novo material que atenda as exigências mercadológicas. Para tal, será utilizado um agente recondicionador, cuja principal finalidade é a de melhorar as propriedades físicas dos novos materiais. Um ponto de grande relevância do projeto será o uso de matéria-prima encontrada na região de Ouro Preto-MG e que está sendo descartada de maneira inadequada, causando assim, assoreamento de leitos dos cursos de água. Partindo deste princípio e com o conhecimento dos membros do projeto será elaborado uma rota processual de tal forma a obter um material que atenda as exigências do mercado consumidor de materiais cerâmicos. Desta maneira o projeto em questão estará contribuindo para a recuperação das áreas mineradoras de pedra sabão, amenizando ou até mesmo erradicando este impactante ambiental.

Certamente, espera-se um grande impacto nos trabalhos desenvolvidos pelo grupo, com aumento na qualidade e também na quantidade dos artigos produzidos em nível internacional.

CAPÍTULO 3 - OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Síntese de cerâmicas estruturais para serem utilizadas como tijolos, blocos, telhas, dentre outros materiais, utilizando-se rejeito de pedra-sabão e adicionando-se a esse rejeito um agente recondicionador com o objetivo de melhorar as propriedades físicas das cerâmicas e sua posterior caracterização.

3.2 Objetivos específicos

- Revisão da literatura para avaliação das rotas processuais visando à obtenção de materiais cerâmicos a partir de rejeitos de pedra-sabão;
- Caracterização do material cerâmico produzido utilizando-se das principais técnicas;
- Contribuir para o meio ambiente amenizando ou até mesmo erradicando este impactante ambiental.

CAPÍTULO 4 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Pedra-sabão

Sendo o talco, o principal mineral constituinte do esteatito (pedra-sabão) em termos de valores comercial e industrial, os principais dados econômicos estão baseados nele.

O Sumário Mineral de 2011 apresentado pelo Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) mostra que em 2010 a análise dos dados de reserva e produção mundial de talco e pirofilita continua sem apresentar grandes mudanças quando comparados com 2009. O Brasil que contribui com 8,5% da produção mundial continua a ter uma participação significativa ficando atrás apenas da China que ocupa o primeiro lugar e da República da Coreia que fica em segundo lugar como os maiores produtores de talco e pirofilita (Amaral, 2011).

De acordo com Amaral (2011), em 2010, a produção nacional de talco e pirofilita apresentou um crescimento estimado de 13,4% quando comparado com ano de 2009. Este crescimento foi influenciado possivelmente pela indústria de construção civil que tem apresentado grande crescimento nos últimos anos. No que diz respeito às importações e exportações de talco e pirofilita no país, no ano de 2010 houve um aumento em relação a 2009. A valorização do real em relação ao dólar ao longo do ano pode ter sido um dos fatores que contribuiu para o aumento das importações. O aumento nas exportações pode ser atribuído à valorização destas *commodities* no mercado internacional.

A Tabela 4.1 apresenta dados estatísticos dos anos de 2008, 2009 e 2010 do talco e pirofilita no Brasil.

Tabela 4.1: Principais estatísticas do talco e pirofilita no Brasil (Amaral, 2011).

Discriminação		Unidade	2008	2009	2010
Produção	Total	(t)	513.433	577.935	655.436
Importação	Produto Beneficiado	(t)	11.147	6.366	7.351
Exportação	Produto Beneficiado	(t)	9.624	7.189	10.834
Consumo Aparente ⁽¹⁾	Total	(t)	534.204	591.490	673.621
Preços ⁽²⁾		(US\$/t)	313,69	377,24	395,88

Notas: (1) Consumo Aparente: Produção + Importação + Exportação; (2) Preço Médio de Exportação de Concentrado do Talco-Esteatita Natural.

Os gráficos apresentados a seguir, fornecem informações com relação ao talco e outras cargas minerais no ano de 2009 no Brasil.

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam respectivamente gráficos referentes as exportação e importação de talco e outras cargas minerais no ano de 2009 pelo Brasil.

De acordo com a Figura 4.1, a Argentina foi o país que mais importou esses minerais do Brasil, totalizando 50,08% das exportações. Com relação a importação (Figura 4.2), os Estados Unidos foram o país que mais vendeu essas matérias-primas para o Brasil.

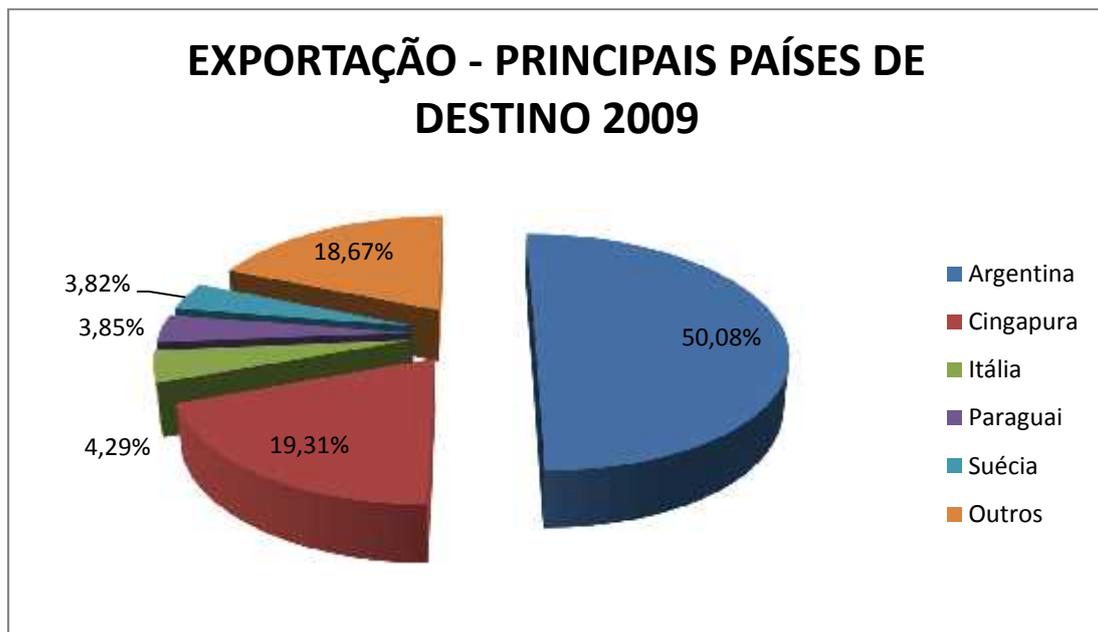


Figura 4.1: Exportação brasileira de talco e outras cargas minerais (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

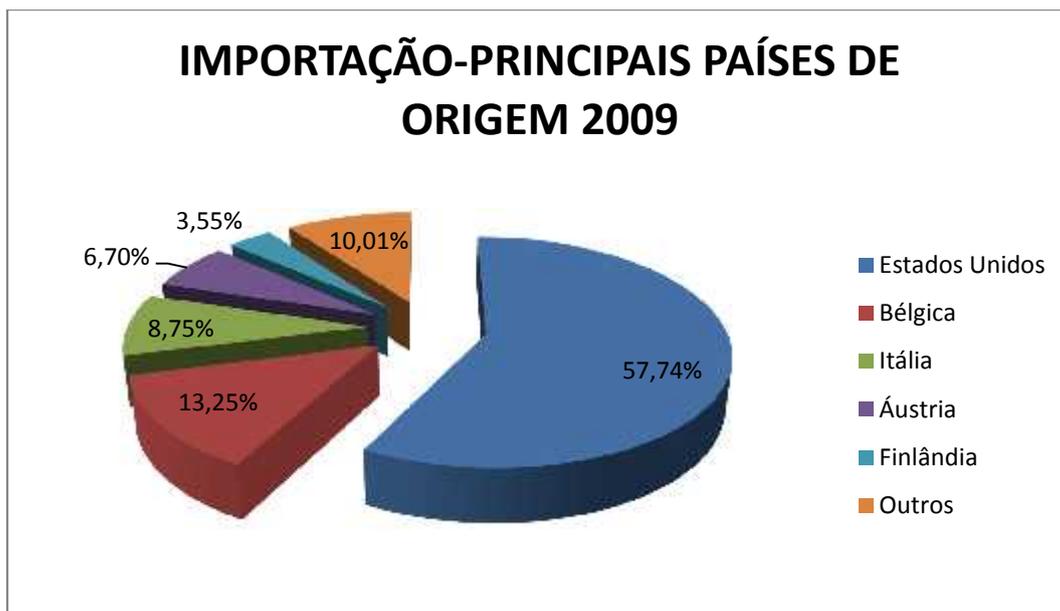


Figura 4.2: Importação brasileira de talco e outras cargas minerais (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

O Anuário Mineral Brasileiro de 2010 elaborado pelo DNPM apresenta a distribuição regional produzida (Figuras 4.3 e 4.4) e a distribuição regional e setorial da quantidade consumida de talco e outras cargas minerais (Figuras 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8) referentes a 2009.

A Bahia é o estado que mais produziu o talco bruto e o talco beneficiado no ano de 2009 (Figuras 4.3 e 4.4 respectivamente). São Paulo destaca como o maior consumidor dos produtos brutos – 35,98% (Figura 4.5). Já Goiás, é o que mais consumiu os produtos beneficiados no ano de 2009 – 37,76% (Figura 4.6). Segundo a Figura 4.7, a indústria de pisos e de revestimentos foi a que mais consumiu talco e outras cargas minerais nos seus estados brutos em 2009. Já nos seus estados beneficiados, a construção civil foi o maior mercado consumidor (Figura 4.8).

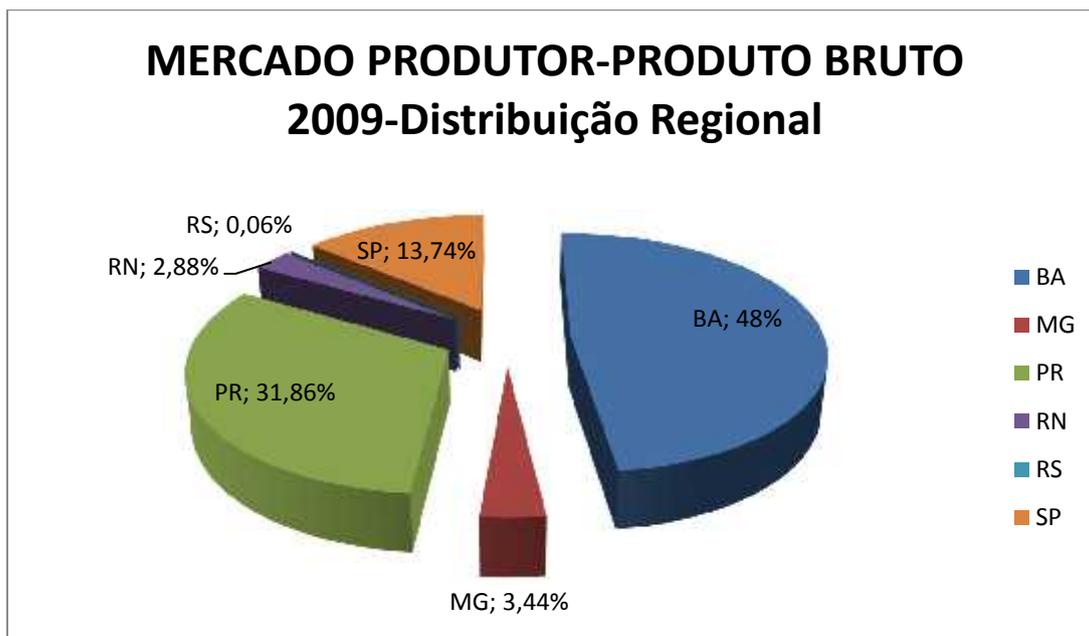


Figura 4.3: Distribuição regional da produção de talco bruto (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

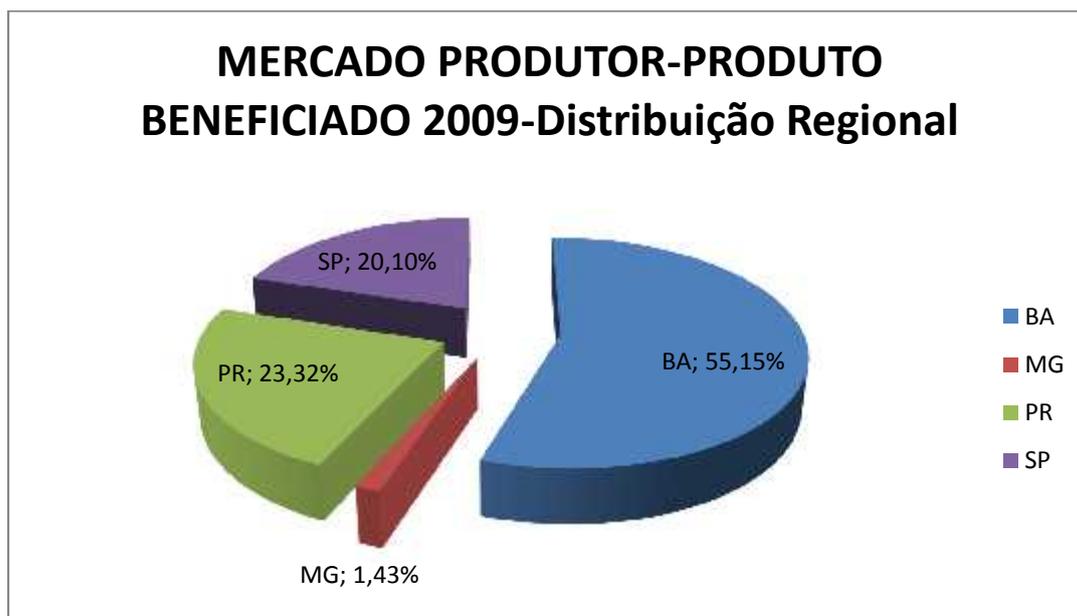


Figura 4.4: Distribuição regional da produção de talco beneficiado (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

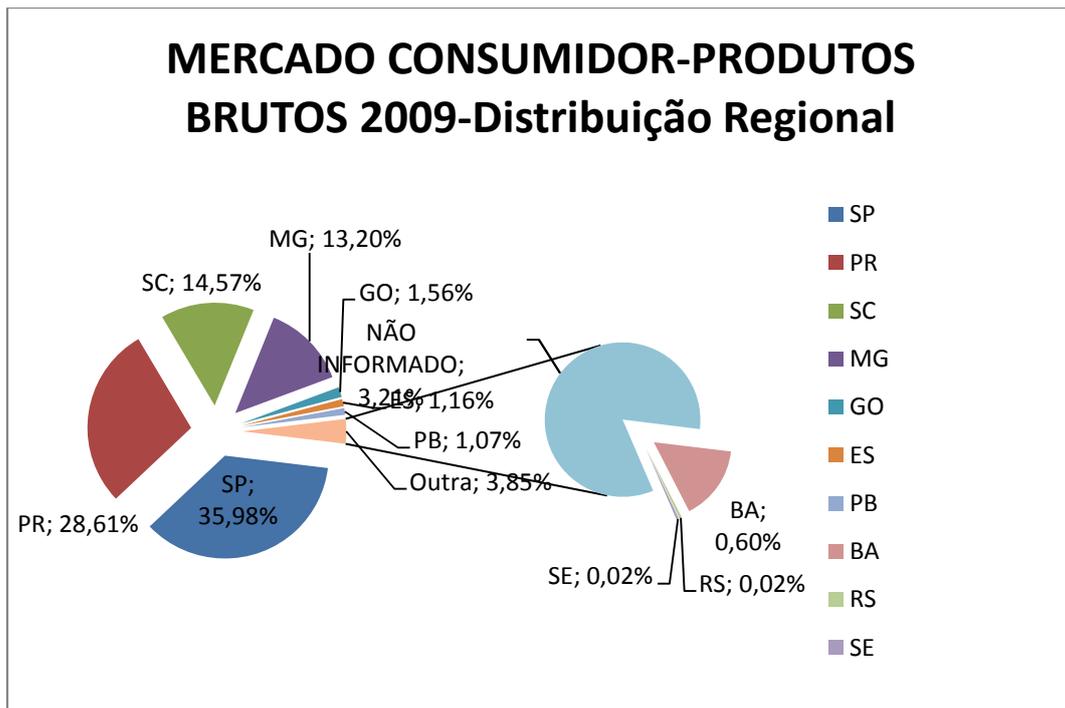


Figura 4.5: Distribuição regional do consumo do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

MERCADO CONSUMIDOR-PRODUTOS BENEFICIADOS 2009-Distribuição Regional

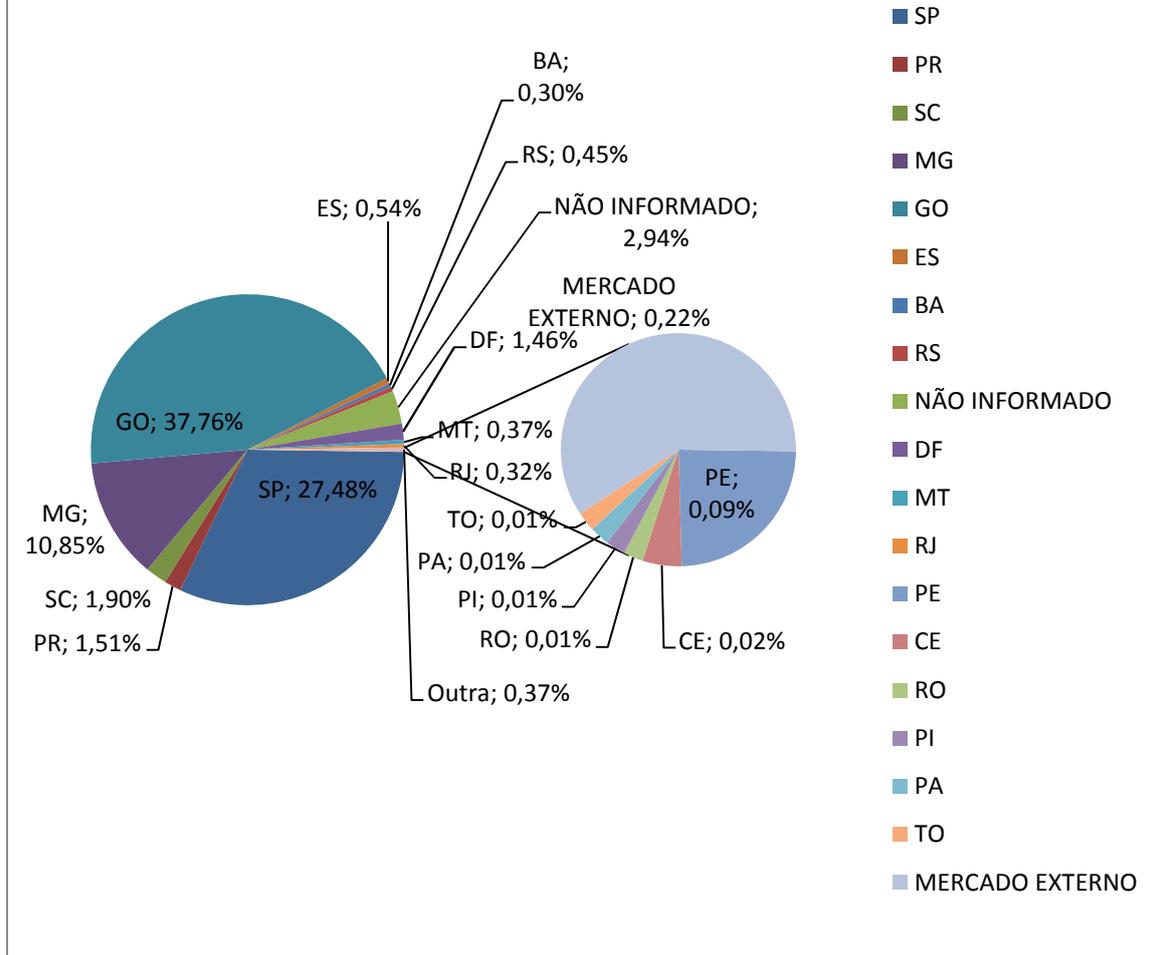


Figura 4.6: Distribuição regional do consumo do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

MERCADO CONSUMIDOR - PRODUTOS BRUTOS 2009-Setores de Consumo/Usos

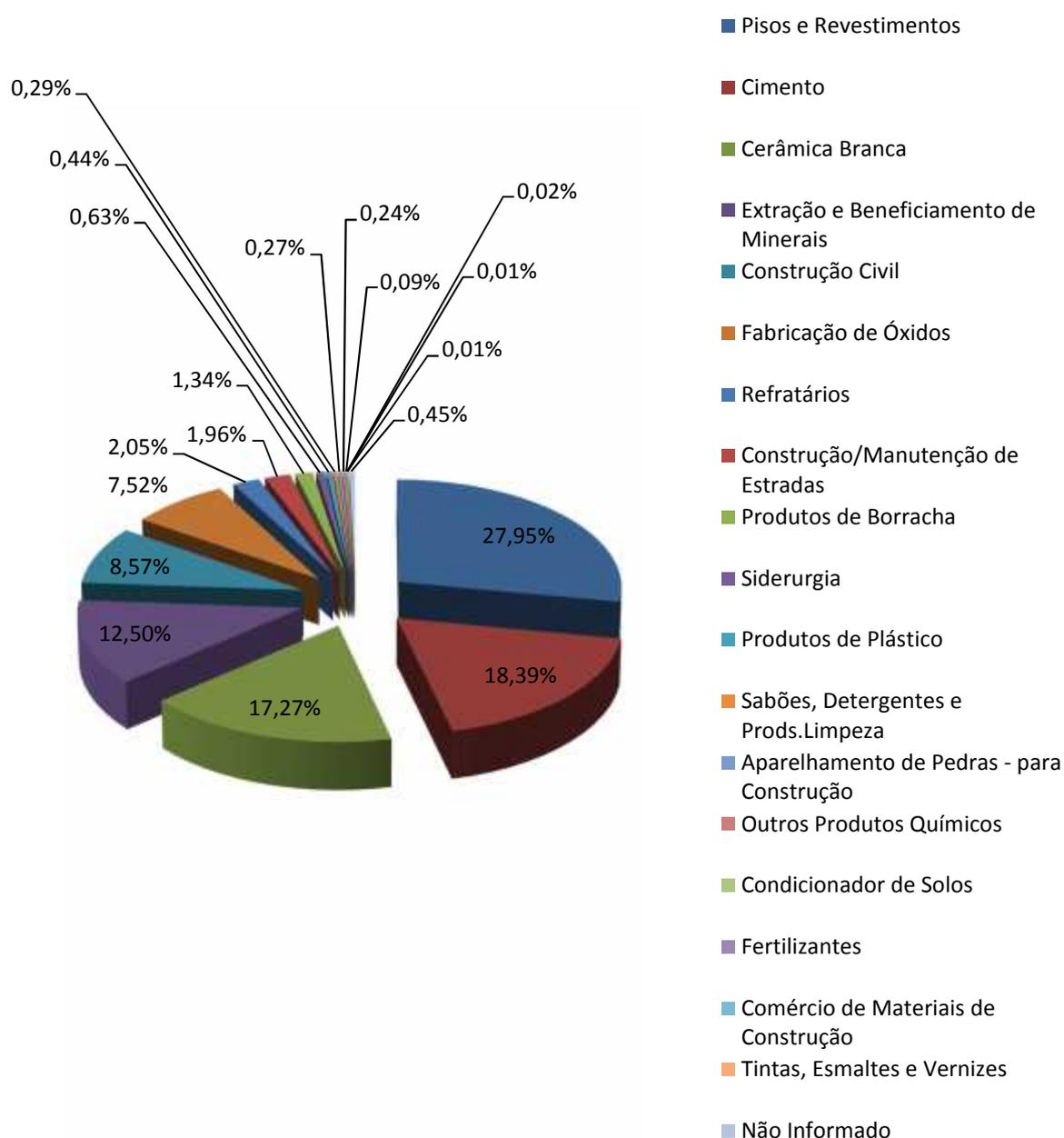


Figura 4.7: Setores de consumo/uso do talco e outras cargas minerais brutos (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

MERCADO CONSUMIDOR - PRODUTOS BENEFICIADOS 2009-Setores de Consumo/Us

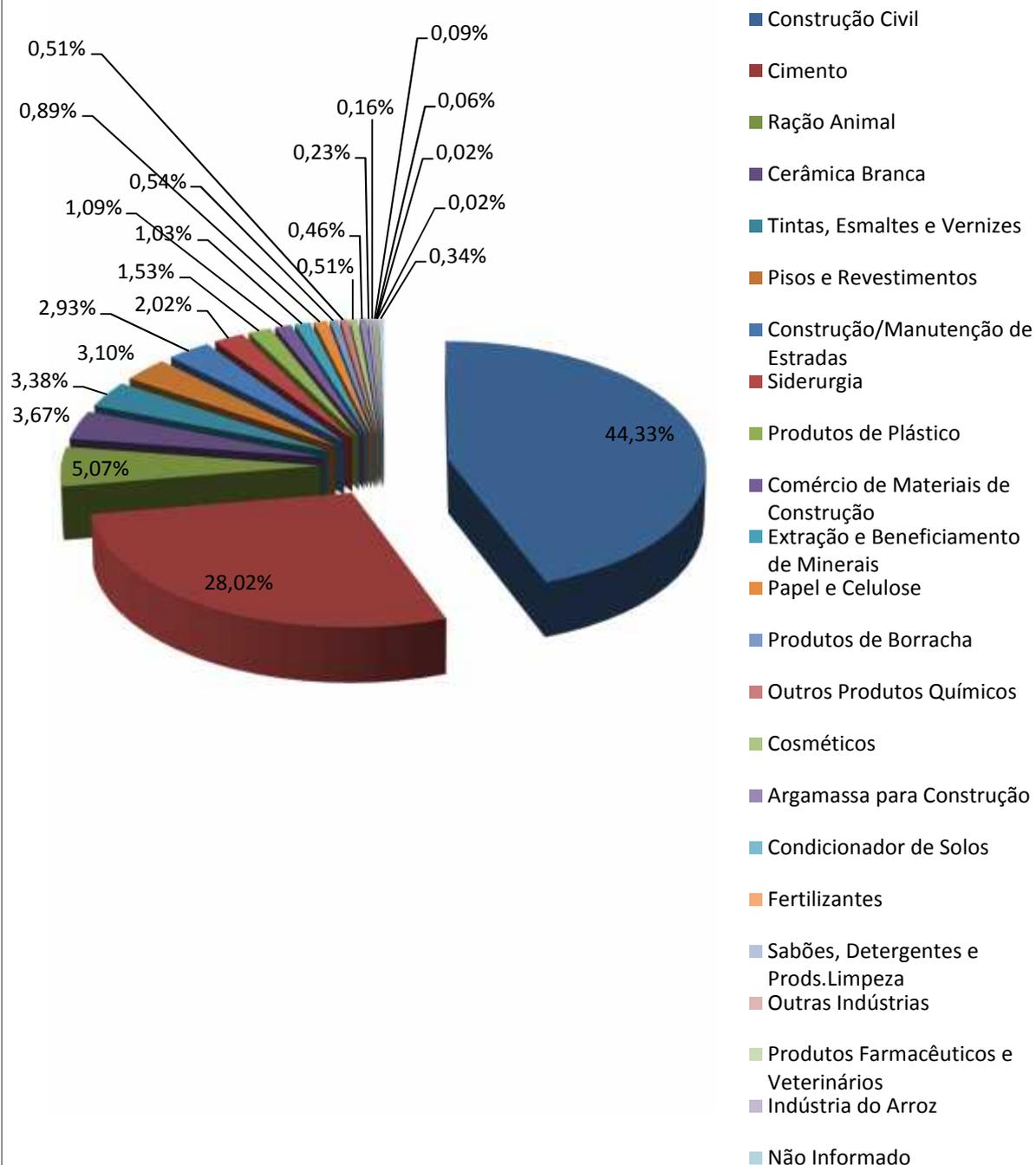


Figura 4.8: Setores de consumo/uso do talco e outras cargas minerais beneficiados (DNPM - Anuário Mineral Brasileiro 2010).

4.2 O mineral talco

O talco é um filossilicato de magnésio hidratado, onde seus constituintes (Mg, Si, O, OH) assumem um arranjo espacial do tipo tetraédrico-octaédrico-tetraédrico (t-o-t), isto é, possui duas folhas tetraédricas formadas por átomos de silício e oxigênio (folhas siloxana) e entre essas duas folhas se encontra uma folha octaédrica constituída de magnésio e hidroxila (folha de brucita). Esse arranjo espacial no talco é mantido por forças de atração do tipo van der Waals (Dana e Hurlbult, 1984). A Figura 4.9 apresenta a estrutura do mineral talco.

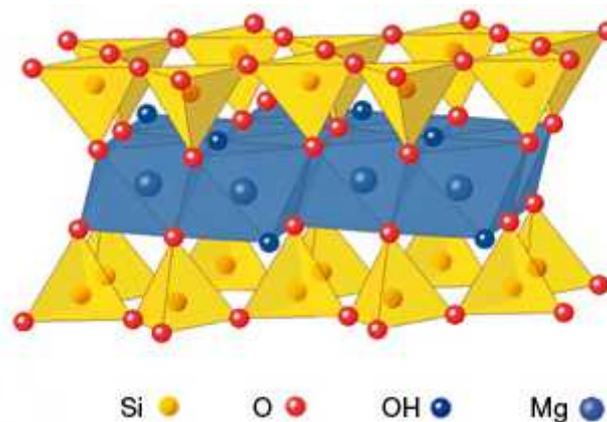


Figura 4.9: Estrutura cristalográfica do talco (<http://www.imerystalc.com>)

Na sua forma natural o talco é encontrado em uma ou mais de suas três principais formas, lamelar, granular e acicular, dependendo de sua localização geográfica. A forma lamelar é a mais utilizada para usos comerciais.

4.3 Uso do talco para produção de materiais cerâmicos

As principais propriedades tecnológicas que tornam o talco largamente utilizado na indústria são: alta resistência ao choque térmico, leveza, suavidade, brilho intenso, alto poder de lubrificação e deslizamento, alta capacidade de absorção de óleo e graxa, baixa condutibilidade térmica e elétrica, alta área de superfície, inércia química e boa retenção como carga (Pinheiro, 1973; Clifton, 1985).

Na indústria cerâmica, a utilização do talco é determinada pela composição química e mineralógica. Sabendo que o magnésio é o principal constituinte na indústria cerâmica, impurezas como serpentina, antigorita ou magnesita podem ser bem aceitas por serem minerais portadores de magnésio em elevadas proporções (Berg, 1986; Oliveira, 1988).

Segundo Pontes e Almeida (2005), o emprego do talco na indústria cerâmica de maneira geral é relativamente grande, onde pode ser usado em massas cerâmicas na produção de azulejos, canecos, cerâmica técnica, cerâmica industrial, ladrilhos cerâmicos, louças de mesa, louças sanitárias, pastilhas, isolantes elétricos e térmicos. Ele age como fundente da massa, do esmalte, mantendo a plasticidade, dando consistência e diminuindo o tempo de maturação da massa pela ação do óxido de magnésio que atua como agente de fluxo. Nos materiais refratários, a presença de MgO controla a expansão térmica, aumentando a resistência ao choque térmico e evitando trincas no produto acabado.

De acordo com Pontes e Almeida (2005), um mineral que possui propriedades cristalográfica e físicas similares ao talco é o mineral pirofilita que é um filossilicato hidratado de alumínio, apresentando fórmula estrutural $\text{Al}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$, com cerca de 28% de Al_2O_3 , 67% de SiO_2 , e 5% de H_2O . Esses minerais nem sempre podem ser usados de forma substitutiva, por exemplo, na indústria cerâmica, o talco é utilizado como fonte de magnésio, para controlar a expansão térmica, e por sua vez, a pirofilita fornece os elementos químicos necessários à refratariedade. A maior parte da pirofilita produzida destina-se às indústrias de produtos minerais não metálicos, indústria cerâmica, indústria de papel e papelão, indústria de borracha, indústria química, indústrias farmacêutico e veterinário, indústria de perfumarias, sabões e velas, indústria de plásticos, indústria têxteis, indústria de produtos alimentares.

Vela et al. (2007) estudaram o comportamento durante a sinterização do talco com fluxo de carbonato de bário. Uma família de composições no sistema $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ foram preparadas para verificar o comportamento durante a sinterização das porcelanas de talco (Tabela 4.2). Estas composições foram rotulados TA1-TA5 aumentando em ambas o conteúdo de Al_2O_3 , que desloca a composição para o ponto eutético do sistema, bem como a relação SiO_2/MgO . Talco, argila e carbonato de bário foram usados como matérias-primas. O carbonato de bário utilizado tinha 99,7% de pureza.

Tabela 4.2: Relações molares das composições preparadas (Vela et al., 2007).

	TA1	TA2	TA3	TA4	TA5
SiO_2	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
MgO	0.76	0.74	0.72	0.70	0.68
Al_2O_3	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06
BaO	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
SiO_2/MgO	1.32	1.35	1.39	1.13	1.18

As composições foram preparadas por moagem via úmida das matérias-primas em um moinho de jarra. Após a moagem (90% das partículas <25 µm), aditivos pressionados foram adicionados e as suspensões foram homogeneizadas durante 1h. Depois de homogeneizadas, as suspensões foram passadas através de uma peneira de 325 mesh e os parâmetros reológicos foram ajustados através da secagem por pulverização em um secador por pulverização da marca Niro com disco rotativo. Discos de 60mm de diâmetro foram submetidos a uma prensagem uniaxial a 40MPa e menos que 0,5% de umidade foi obtida. Após secagem a 110°C durante 24h, os discos prensados foram queimados a uma taxa de aquecimento de 5°C/min e ficaram 60min à temperatura máxima que variou de 1240-1380°C.

A Figura 4.10 mostra a retração e a evolução da taxa de retração para as amostras de composição TA1 e TA5. Na Figura 4.10b dois picos podem ser observados no intervalo entre 800 e 1000°C; o primeiro que aparece numa temperatura mais baixa está relacionado à descarbonação do BaCO₃ e o segundo, o que também aumenta com o conteúdo de argila, está relacionado com a dehidroxilação do mineral talco introduzido nas composições e transformação originada a partir do mineral de argila.

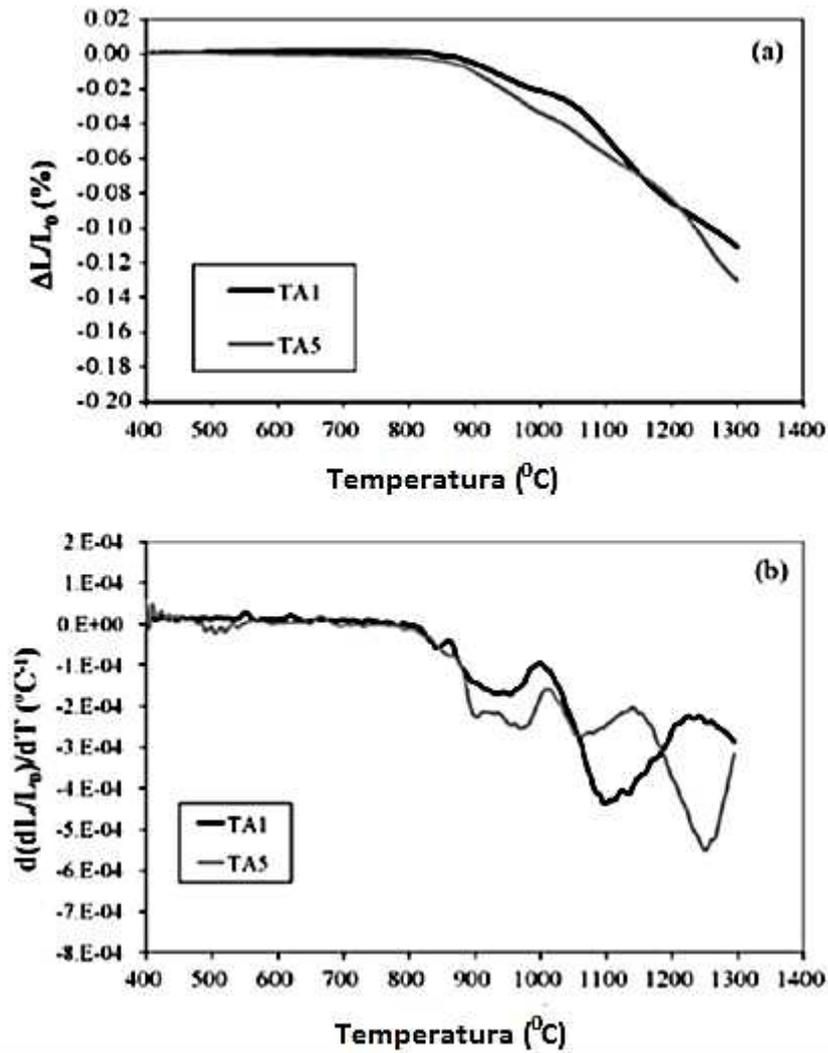


Figura 4.10: Retração (a) e taxa de retração (b) no comportamento das composições TA1 e TA5 (Vela et al. 2007).

A retração da amostra que ocorre abaixo de 1000°C é atribuída a mudanças das matérias-primas sem reações aparentes entre elas. Em torno desta temperatura a descarbonatação BaCO_3 já está terminada e aglomerados da ordem de submicrons de óxido de bário podem agora ser observado (Figura 4.11).

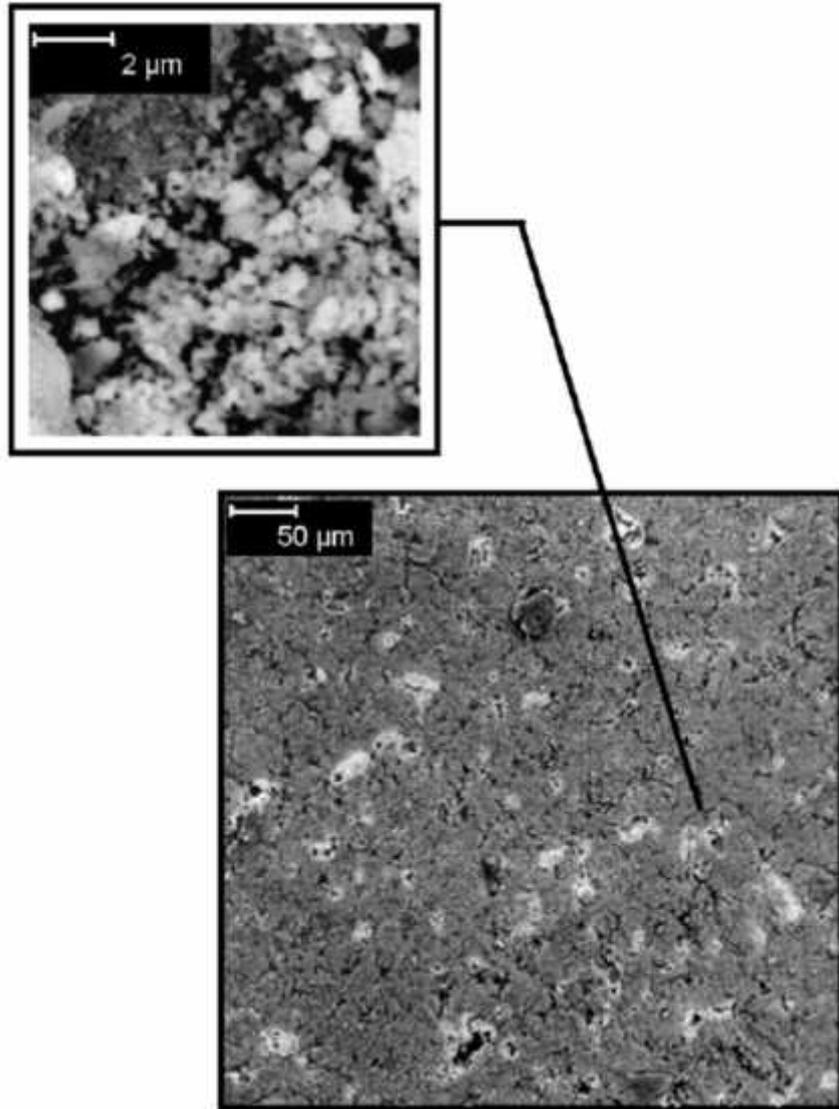


Figura 4.11: Detalhe de partículas de BaO formadas na composição TA1 queimado a 1000°C como um resultado da descarbonatação do BaCO₃ (MEV micrografia da amostra polida) (Vela et al. 2007).

Estas partículas altamente reativas começam a reagir com metacaulinita amorfa proveniente da argila caulinita, bem como, com a sílica proveniente do talco. Outro fator que foi levado em consideração pelos autores, foi a densidade aparente das diferentes composições (Figura 4.12).

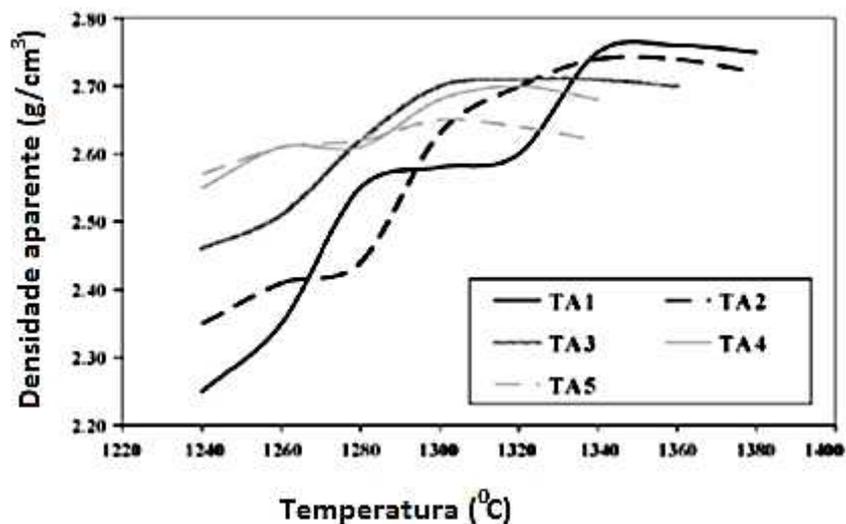


Figura 4.12: Densificação das composições de TA como uma função da temperatura de sinterização (Vela et al. 2007).

O fato de a densidade ir diminuindo de TA1 para TA5, deve ser interpretado considerando que o principal fator a influenciar essas amostras é a relação de fase vítrea/cristalina: quanto maior a quantidade de fase vítrea (maior relação de fase vítrea/cristalina), menor a densidade aparente máxima.

O autores concluíram que o comportamento de sinterização em porcelanas de talco é principalmente controlado por meio da reação que acontece entre BaO proveniente da descarbonatação do BaCO₃ de um lado, e metacaulinita amorfa proveniente de argila caulinita e sílica proveniente de talco por outro lado. A sílica proveniente da argila é mais reativa do que o excesso de sílica que vem do talco desidroxilado, no entanto aumentando a quantidade de metacaulinita melhora a formação da fase líquida e a taxa de retração a baixas temperaturas.

Chandra et al. (2005), estudaram o efeito da adição de talco nas características de sinterização de peças cerâmicas feitas de cinzas em suspensão provenientes de indústrias que queimam o carvão para gerar energia. A cinza em suspensão utilizada apresentou a seguinte composição química: SiO₂: 62,12%, Al₂O₃: 21,3%, Fe₂O₃: 5,55%, TiO₂: 1,38%, MgO: 1,58%, CaO: 0,53%, K₂O: 4,24% e Perda de Massa por Ignição (PMI): 3,30% e a análise química do talco forneceu os seguintes resultados: SiO₂: 60,35%, Al₂O₃: 1,86%, Fe₂O₃: 0,22%, MgO: 29,20%, CaO: 0,12%, K₂O: 0,80%, Na₂O: 1,2% e PMI: 4,02%. Hexametáfosfato de sódio (HMFS) foi usado como ligante da mistura constituída de talco e cinza em suspensão. Pirofilita (Silicato de Alumínio Hidratado) foi utilizado como aditivo da cinza em suspensão.

As peças foram secas numa estufa de ar a 110°C durante 2-3 horas e depois queimadas em uma mufla elétrica. O programa de aquecimento utilizado para a queima foi o seguinte:

aquecimento das peças da temperatura ambiente até 950°C a uma taxa de 10°C/min mantendo a temperatura durante 60min a 950°C desligar o forno para permitir o resfriamento do forno e para que a amostra volte à temperatura ambiente. A temperatura de queima (950°C) que foi escolhida para análise térmica revelou que, devido à desidroxilação do talco, a formação de silicato de magnésio com a reação simultânea com HMFS é completada durante aquecimento a 950°C. A Figura 4.13 mostra a resistência ao impacto das peças cerâmicas queimadas em função da porcentagem de talco adicionado na cinza em suspensão.

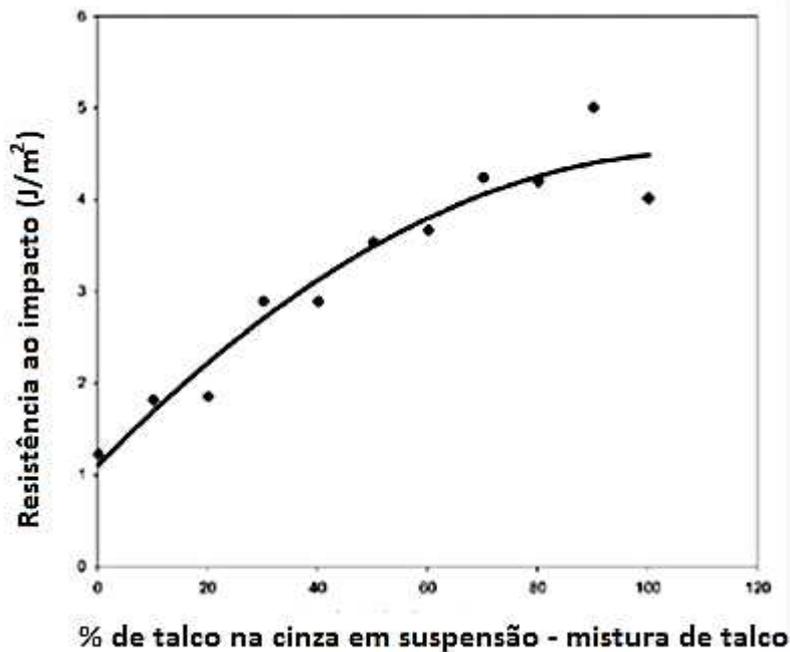


Figura 4.13: Resistência ao impacto das peças de cerâmicas queimadas e preparadas a partir de cinzas em suspensão (100-0%p/p) + talco (0-100% p/p) misturados com HMFS (10% p/p) (Chandra et al. 2005).

A Figura 4.14 apresenta a retração linear e a densidade aparente das peças cerâmicas em função da porcentagem de talco adicionado.

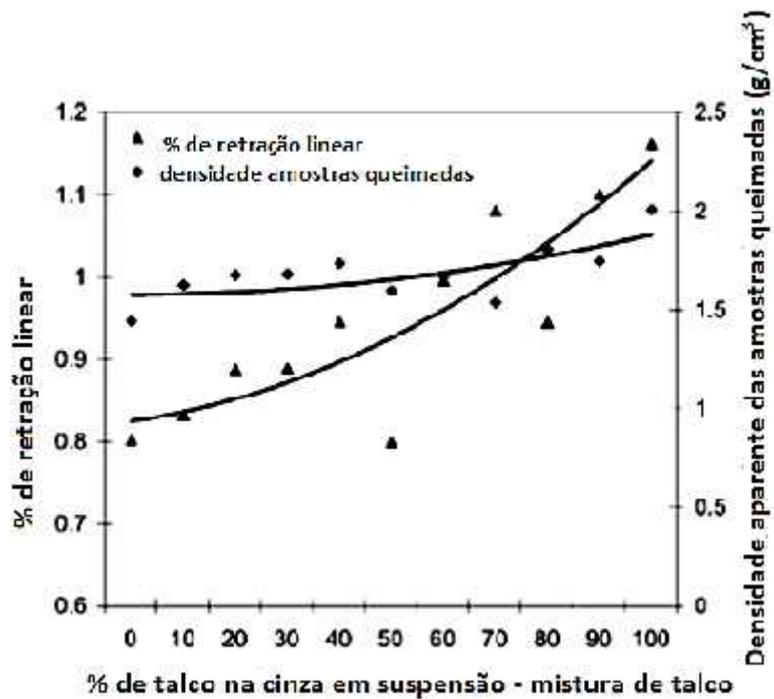


Figura 4.14: Retração linear e densidade aparente das peças cerâmicas queimadas (Chandra et al. 2005).

A Figura 4.15 mostra a perda de peso das peças cerâmicas queimadas a 950°C em função da porcentagem de talco.

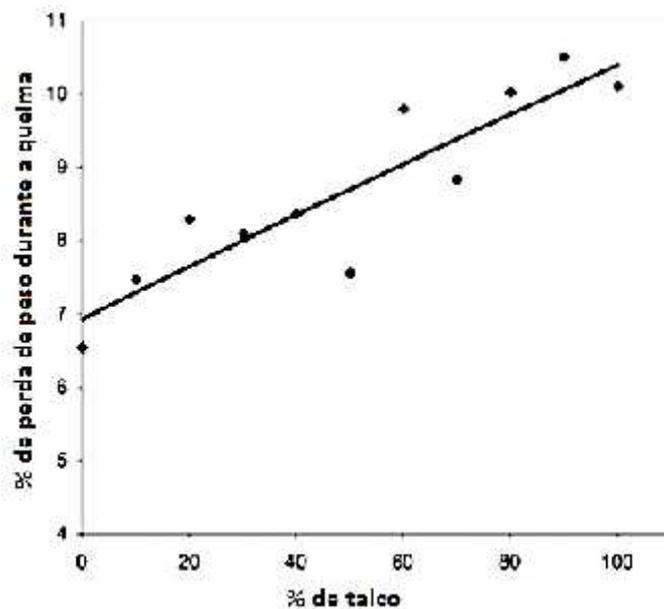


Figura 4.15: Perda de peso das peças cerâmicas queimadas a 950°C (Chandra et al. 2005).

Observou-se que, como o conteúdo de HMFS é constante em todas as composições, o aumento observado na porcentagem de perda do peso é atribuído ao aumento na quantidade de perda de água através da remoção da água estrutural do talco.

A porcentagem de água absorvida em função da quantidade de talco adicionado à mistura é mostrada na Figura 4.16.

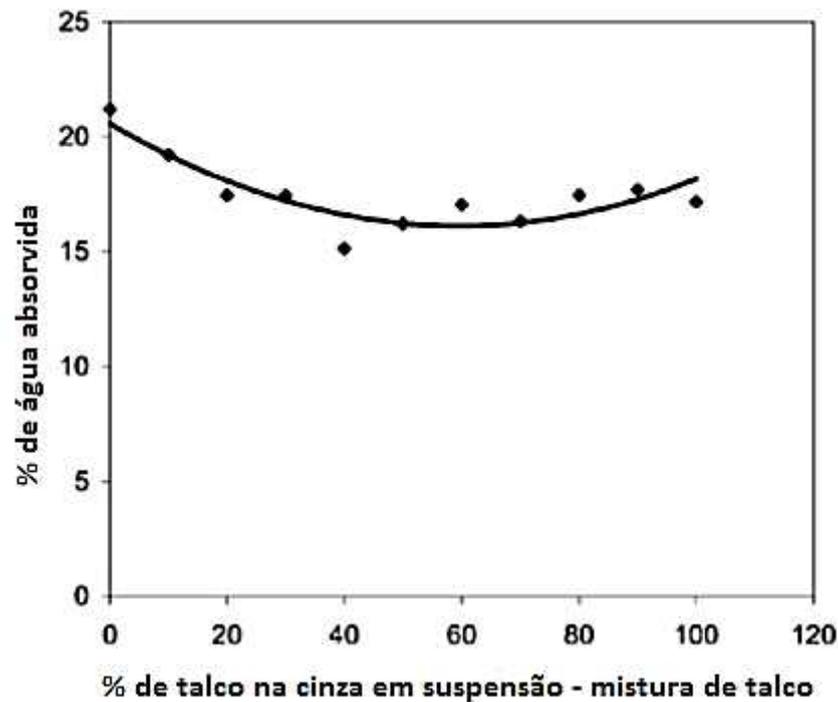


Figura 4.16: Absorção de água pelas peças de cerâmicas queimadas e preparadas a partir da mistura cinza em suspensão/talco (Chandra et al. 2005).

Os autores puderam tirar as seguintes conclusões do presente estudo:

1. O aumento do teor de talco na mistura sinterizada de cinza em suspensão/talco com 10% de HMFS a 950°C conduz a uma melhoria na resistência ao impacto;
2. Na densidade aparente é também observado um aumento com o aumento do conteúdo de talco enquanto que a absorção de água passa por um mínimo quando o teor de talco é de 60% (p/p) na mistura;
3. Em vista da maior porcentagem de absorção de água, as amostras de cerâmicas produzidas podem ser úteis para azulejos após a vitrificação e pode não ser útil como ladrilhos.

Um estudo realizado por Chandra et al. (2004) sobre as características de sinterização do talco na presença de ativadores de sinterização a base de carbonato alcalino e espécies fosfáticas mostrou que, durante o aquecimento ocorre reação de desidroxilação do mineral talco. As espécies desidroxiladas reagem com carbonato de sódio para formar as fases $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ e $\text{Na}_2\text{MgSiO}_4$ levando a resistência mecânica do corpo sinterizado. No caso das espécies fosfáticas (H_3PO_4 /hexametáfosfato de sódio (HMFS)) adicionadas para servir como ativadores de sinterização, $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2/\text{Mg}(\text{PO}_3)_2/\text{NaMgPO}_4$ são as fases formadas. A resistência ao

impacto das amostras em forma de azulejo fabricadas na presença de ácido fosfórico foi maior do que a daquelas feitas apenas com carbonato de sódio. Na resistência ao impacto das amostras é observado um aumento com o aumento do teor de HMFS. As micrografias do MEV mostram a formação de cristais de tamanhos relativamente grandes quando o talco é sinterizado com H_3PO_4 (Figura 4.17). No caso de outros ativadores de sinterização (Na_2CO_3 e HMFS) (Figuras 4.18 e 4.19), quantidade significativa de cristais menores também é observada por estarem presentes.

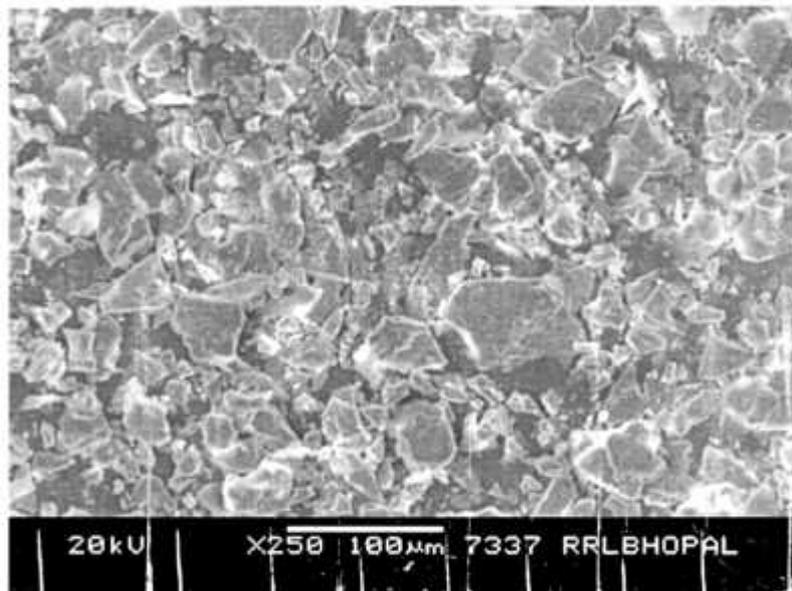


Figura 4.17: MEV do talco com 10% de H_3PO_4 (Chandra et al. 2004).

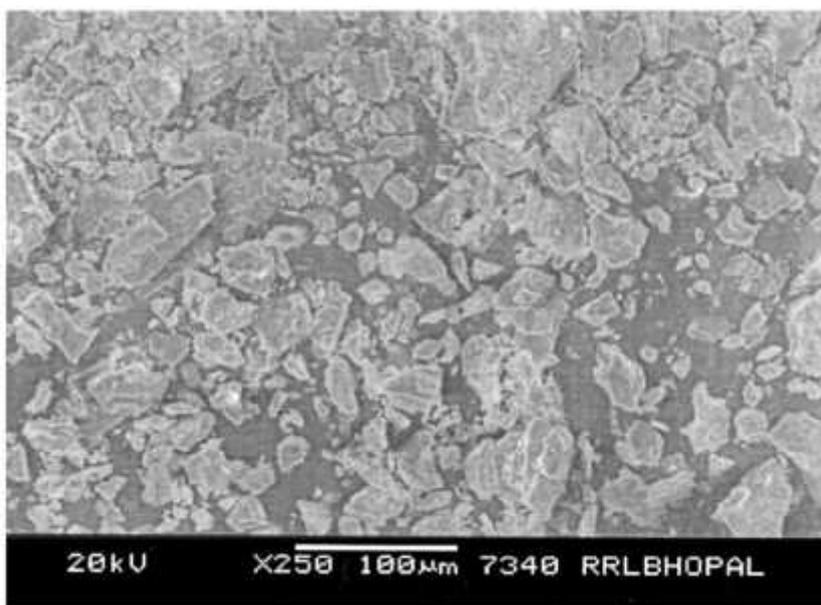


Figura 4.18: MEV do talco com 10% de Na_2CO_3 (Chandra et al. 2004).

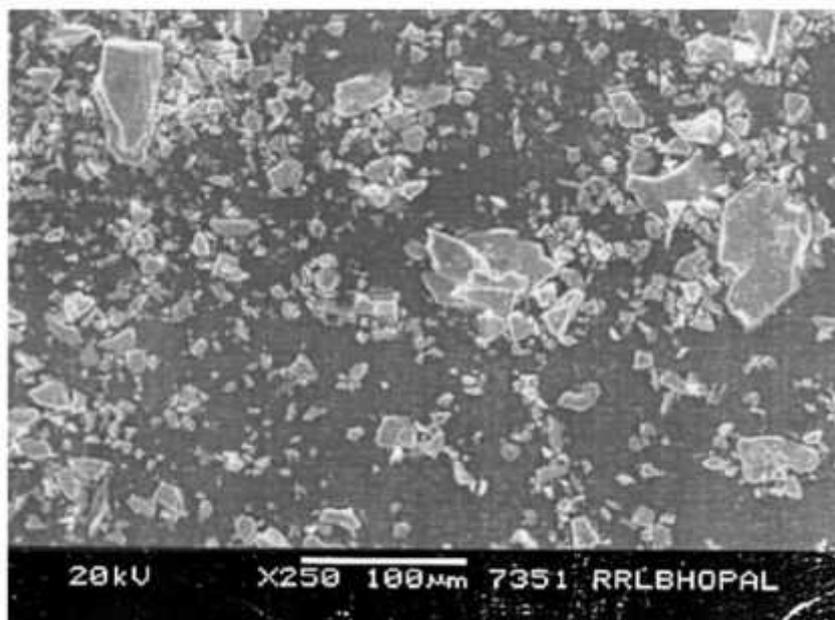


Figura 4.19: MEV do talco com 10% de Na_2CO_3 (Chandra et al. 2004).

Baseado nos resultados os autores chegaram as seguintes conclusões:

1. Carbonato de sódio, ácido fosfórico e HMFS, todos os três atuam como ativadores de sinterização e numa base de peso/peso, a sua eficácia é da ordem $\text{H}_3\text{PO}_4 > \text{HMFS} > \text{Na}_2\text{CO}_3$;
2. A resistência ao impacto das peças sinterizadas a base de talco aumenta com aumento do teor de HMFS num intervalo de 7-10% (p/p);
3. Os cristais de fosfato de magnésio formados durante a sinterização do talco com 10% de H_3PO_4 são de tamanhos maiores e menos quebradiços quando comparado com cristais formados em outras composições.

Marino et al. (2000) estudaram a expansão térmica dos revestimentos cerâmicos quando a estes são adicionados talco. Observou-se que a adição de talco provocou um considerável aumento da resistência mecânica e do coeficiente de expansão térmica linear. A Tabela 4.3 apresenta as composições das massas estudadas expressas em porcentagem mássica.

Tabela 4.3: Composições das massas estudadas expressas em porcentagem mássica (Marino et al., 2000).

Composição	T0	T5	T10	T15	T20	T25
Argila a	4,71	4,47	4,24	4	3,76	3,53
Argila b	21,18	20,12	19,06	18	16,94	15,88
Argila c	44,7	42,47	40,24	38	35,76	33,53
Caulim	20	19	18	17	16	15
Biscoito	9,41	8,94	8,47	8	7,53	7,06
Talco	0	5	10	15	20	25

A Tabela 4.4 mostra as propriedades dos corpos queimados a 1130°C, numa taxa de aquecimento de 12°C/min durante 30 minutos. Foram medidas a resistência mecânica à flexão (RMF), a porcentagem de água (PA), a absorção de água (AA) e a retração linear de secagem (RLQ). Os valores sobrescritos são os desvios-padrões dos resultados apresentados.

Tabela 4.4: Propriedades dos corpos queimados (1130°C, 12°C/min., 30min.) (Marino et al., 2000).

Composição	T0	T5	T10	T15	T20	T25
RMF (Kgf/cm²)	140,53 ^{11,9}	168,33 ^{19,9}	208,80 ^{15,4}	226,71 ^{18,8}	245,14 ^{13,6}	267,06 ^{21,0}
PA (%)	34,30 ^{2,12}	32,76 ^{0,80}	32,03 ^{1,10}	31,95 ^{0,94}	31,82 ^{0,41}	32,11 ^{0,65}
AA (%)	19,49 ^{1,89}	18,20 ^{0,64}	17,59 ^{0,84}	17,52 ^{0,69}	17,39 ^{0,31}	17,60 ^{0,50}
RLQ (%)	3,095 ^{0,315}	3,430 ^{0,248}	3,738 ^{0,361}	3,800 ^{0,304}	3,704 ^{0,103}	3,586 ^{0,095}

A Tabela 4.5 apresenta os coeficientes de expansão térmica linear e o efeito da adição do talco nos resultados.

Tabela 4.5: Coeficientes de expansão térmica linear (Marino et al., 2000).

$\alpha \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	T0	T5	T10	T15	T20	T25
r1(100-500 °C)	7,875	8,250	9,000	9,375	9,250	9,625
r2(500-650 °C)	12,667	13,667	12,667	13,000	12,667	13,333
r3(650-1000 °C)	2,143	2,286	3,429	3,714	4,429	4,857
rT1(100-1000 °C)	6,444	6,833	7,444	7,778	7,944	8,389
rT2(100-1120 °C)	5,441	5,980	7,863	7,206	7,402	8,039

Verificou-se, que a adição de talco na mistura produziu um aumento considerável do módulo de resistência a flexão (MRF) e do coeficiente de expansão térmica linear ().

Gökçe et al. (2011) realizaram uma caracterização das propriedades microestruturais e térmica de uma cerâmica feita de esteatita/cordierita preparada usando matérias primas naturais. As cerâmicas foram produzidas usando um método combinado de moagem de alta energia, prensagem a frio e sinterização. Pós de esteatita e cordierita foram obtidos de matérias primas naturais como a caulinita e o talco. A mistura de pós contendo quantidades diferentes de cordierita (0, 5, 10, 20 e 100% em peso) foi moída durante 1h em um moinho vibratório de bolas. Após a secagem, os pós foram compactados em forma cilíndrica com um diâmetro de 12,7mm por prensagem uniaxial a 300MPa. Os corpos verdes foram sinterizados a 1200-1350°C durante 2h sob ar. Formação de fases, caracterizações microestruturais e térmica dos materiais sinterizados foram verificadas usando a técnica de difração de raios-X (XRD), termogravimetria/análise térmica diferencial (TG/DTA) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Valores de densidades, porosidade aberta e absorção de água dos corpos sinterizados foram medidos pelo método de Arquimedes. As medições do coeficiente de expansão térmica (CET) foram realizadas por um dilatômetro. As amostras sinterizadas foram designadas como S, SC5, SC10, SC20 e C, de acordo com o conteúdo de cordierita 0, 5, 10, 20 e 100% em peso, respectivamente. A Tabela 4.6 apresenta a composição química em peso das matérias primas utilizadas para obtenção da esteatita e cordierita.

Tabela 4.6: Análise química das matérias primas natural (Gökçe et al., 2011).

	Composição (%peso)	
	Talco	Caulinita
SiO ₂	63.7	48.6
Al ₂ O ₃	0.07	35.6
Fe ₂ O ₃	0.41	0.8
TiO ₂	–	0.1
MgO	30.25	–
CaO	0.22	2.9
perda por calcinação	5.35	12

Na Tabela 4.7 são mostradas as propriedades físicas das cerâmicas de esteatita/cordierita sinterizadas.

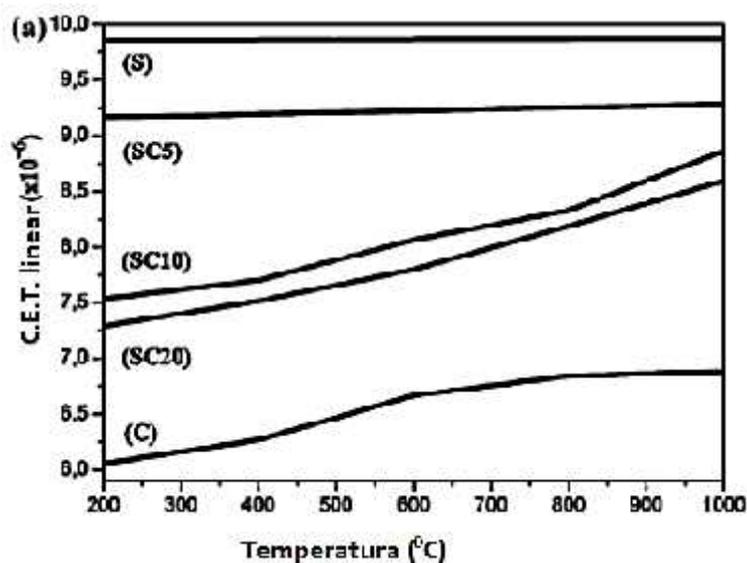
Tabela 4.7: Propriedades físicas das cerâmicas de esteatita/cordierita sinterizadas (Gökçe et al., 2011).

	ρ_B (g/cm ³)	ρ_V (g/cm ³)	$\rho_{relativa}$ (%)	porosidade (%)	absorção água (%)
1200 °C					
S	2.27	3.21	70.72	27.13	11.95
SC5	2.21	3.18	69.49	28.50	12.80
SC10	2.18	3.15	69.20	28.60	12.90
SC20	2.19	3.09	70.87	26.95	10.87
C	1.95	2.60	75.00	28.05	14.58
1300 °C					
S	3.00	3.21	93.45	0.63	0.15
SC5	2.96	3.18	93.08	0.72	0.21
SC10	2.90	3.15	92.10	0.86	0.30
SC20	2.94	3.09	95.15	0.08	0.07
C	2.25	2.60	86.53	12.70	5.60
1350 °C					
S	3.10	3.21	96.57	0.40	0.10
SC5	3.02	3.18	94.97	0.56	0.17
SC10	2.92	3.15	92.70	0.65	0.22
SC20	2.99	3.09	96.76	0.02	0.03
C	2.55	2.60	98.08	0.98	0.38

Foram considerados os poros abertos para medida de porosidade. Notou-se que a adição de cordierita teve um efeito negativo na densidade relativa nas cerâmicas de composição SC5 e SC10 até seu conteúdo chegar a 20% em peso. Verificou-se um aumento na densidade relativa

da composição SC20 em todas as temperaturas de sinterização. Contudo, este aumento foi mais acentuado para as temperaturas de 1300 e 1350°C. Pode ser verificado, que os valores da densidade relativa de todas as amostras sinterizadas, aumentaram com o aumento da temperatura de sinterização. Este fenômeno já era esperado, pois, as temperaturas de 1300 e 1350°C estão próximas da temperatura de fusão dos materiais utilizados na mistura, logo, ocorre fusão parcial destes ficando assim os corpos mais densos. Como se pode verificar na Tabela 4.7, os valores de porosidade e absorção de água aumentaram com o conteúdo de cordierita. Os valores de porosidade e absorção de água decresceram com o aumento da temperatura de sinterização. Concluiu-se que podem ser produzidas cerâmicas de esteatita/cordierita completamente densas com baixa porosidade e absorção de água a partir de matérias primas naturais, acima de 1350°C.

A Figura 4.20 demonstra os coeficientes de expansão térmica linear (CET) das amostras S, SC5, SC10, SC20 e C para 1200, 1300 e 1350°C. Os dados da literatura mostram que os valores do CET para esteatita e cordierita são respectivamente $6 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ - $8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ e $1,5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ - $4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$, o CET da esteatita encontrado ficou na faixa de $4 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ e $6 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ e para cordierita ficou na faixa de $10 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ e $11 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$. Observou-se, que a adição de cordierita diminui os valores do CET das cerâmicas em todas as temperaturas de sinterização. É conhecido, que baixos valores de CET são um dos requisitos para melhorar a resistência ao choque térmico de materiais cerâmicos a elevadas temperaturas, assim, o efeito mais importante da adição de cordierita na esteatita surge desses valores.



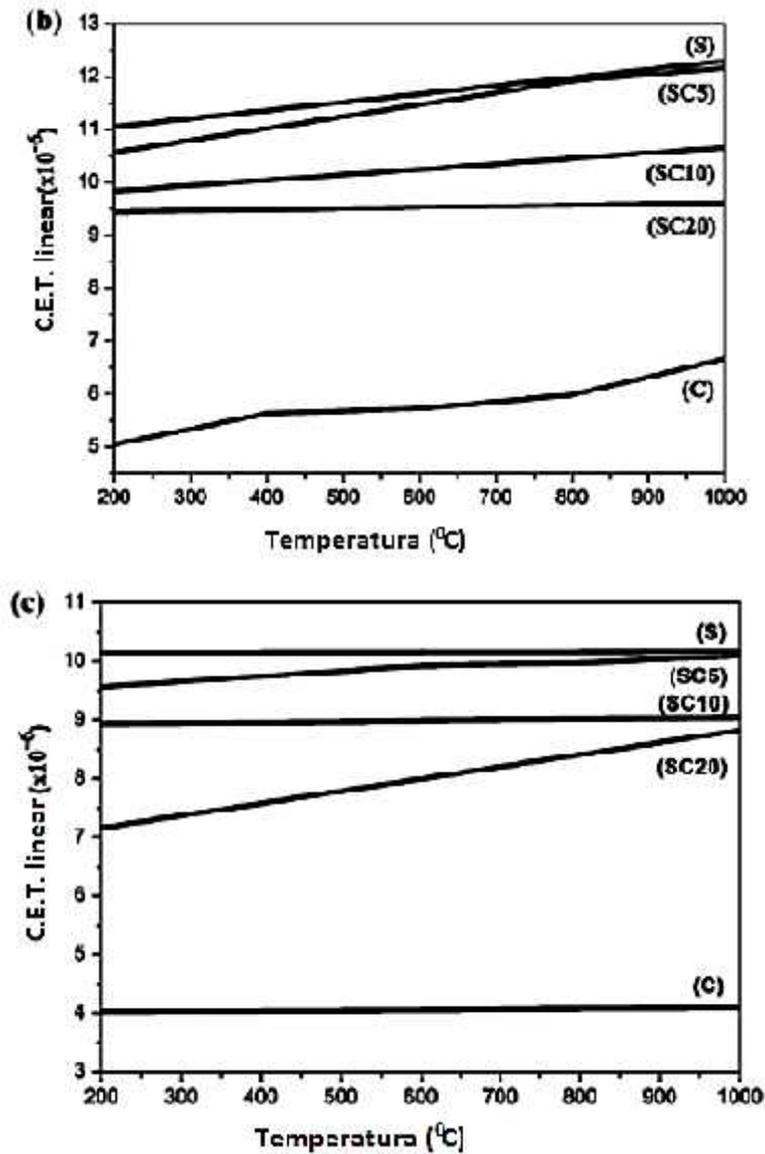


Figura 4.20: Coeficientes de expansão térmica linear das amostras S, SC5, SC10, SC20 e C nas temperaturas de sinterização de: (a) 1200°C, (b) 1300°C e (c) 1350°C (Gökçe et al. 2011).

Segundo Soykan (2007), a adição de óxido de boro (B_2O_3) no talco elimina os poros e aumenta a densidade do material. Isso foi verificado devido ao fluxo viscoso do óxido de boro que promove eliminação dos poros com conseqüente aumento da densidade. Verificou-se, que as cerâmicas obtidas poderiam ser usadas em aplicações elétricas sobre altas temperaturas. Nesse estudo, foram usados como matéria prima talco, argila para melhorar a moldabilidade do material, carbonato de bário como agente fluxante de fusão durante o processo de sinterização e ácido bórico (H_3BO_3) para fornecimento do óxido de boro.

A Figura 4.21 mostra a variação da densidade da cerâmica obtida em função da temperatura de sinterização e da quantidade de óxido de bário adicionado.

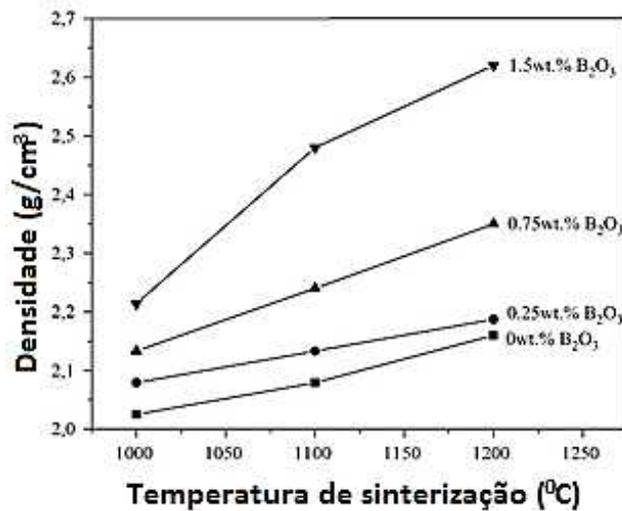


Figura 4.21: Densidade da cerâmica de esteatita em função da temperatura de sinterização e da quantidade de óxido de bário adicionado (Soykan, 2007).

A Figura 4.22 apresenta o difratograma de raios-X da cerâmica sinterizada em diferentes temperaturas com 1,5% de óxido de bário adicionado.

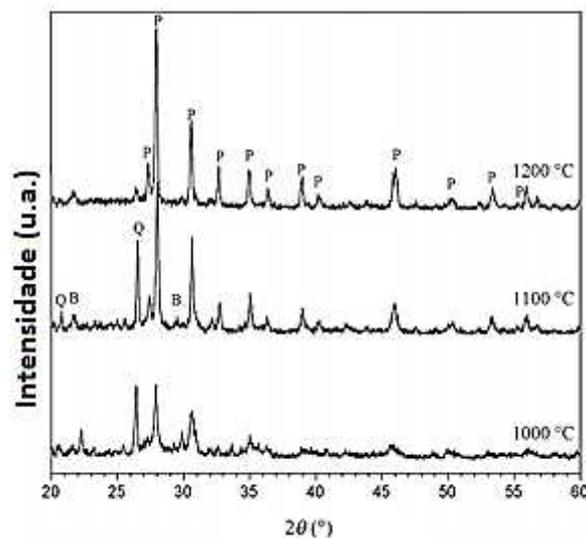


Figura 4.22: Difratograma de raios-X das cerâmicas com 1,5% de óxido de bário sinterizadas a 1000°C, 1100°C e 1200°C (P, protoenstatita; Q, quartzo; B, silicato de alumínio e bário) (Soykan, 2007).

De acordo com os resultados, verificou-se que a adição de óxido de bário fornece uma cerâmica de esteatita densa obtida a menores temperaturas de sinterização que a prática convencional de produção. A protoenstatita é única fase cristalina presente quando se tem a cerâmica sinterizada a 1200°C contendo 1,5% de óxido de bário. Assim, verificou-se que a adição de óxido de bário acelerou a cristalização da fase protoenstatita. E por fim, observou que

com o aumento da quantidade de óxido de bário adicionado, as temperaturas necessárias para densificar as cerâmicas de esteatita diminuiram.

Aslanoglu et al. (2010) estudaram os efeitos da adição de óxido de boro sobre as propriedades dielétricas de cerâmicas de esteatita de baixa perda. Foram utilizadas para tal estudo as seguintes matérias-primas: talco (80 a 90% em peso da mistura), argila (5 a 10% em peso da mistura), carbonato de bário (5 a 10% em peso da mistura) com adição de óxido de boro nas proporções (0, 0.25, 0.75 e 1.5% em peso da mistura). Óxido de boro foi usado como agente de sinterização, pois, ele possui baixo ponto de fusão e causa menos efeitos prejudiciais sobre as características isolantes dos materiais quando comparado com outros agentes de sinterização. Foi observado que óxido de boro ajuda na densificação do sistema MgO–Al₂O₃–SiO₂–BaO. Cerâmicas de esteatita com densidade relativa de 97% foi obtida para uma temperatura de sinterização de 1200°C durante 2 horas em ar atmosférico. Notou-se que adição de óxido de boro afetou significativamente as propriedades dielétricas do material. Atribuiu-se essas mudanças à fase quartzo. Obteve-se uma cerâmica com baixa perda dielétrica para uso em aplicações elétricas de altas temperaturas.

Panzera et al. (2010) estudaram o efeito da adição de rejeito de esteatito nas propriedades físicas e mecânicas de compósitos de argila. Uma ampla série de experimentos foi realizada para avaliar a influência de: tamanho da partícula de esteatito, fração de esteatito e pressão de compactação sobre o desempenho de compósitos de argila. O compósito com melhor propriedade foi fabricado com 20% de esteatito, tamanho de partícula de 100 a 200# e pressão de compactação de 30MPa. A Tabela 4.8 mostra a composição química do rejeito de esteatito.

Tabela 4.8: Análise química do esteatito (Panzera et al., 2010).

Substância química	Resultados (%)
SiO ₂	44.73
Al ₂ O ₃	3.70
Fe ₂ O ₃	8.38
TiO ₂	< 0.001
CaO	2.95
MgO	29.28
NaO ₂	<0.001
K ₂ O	<0.001
MnO	0.13
P ₂ O ₅	0.01
Perda por calcinação (PPC)	10.34

A análise química da argila usada para produzir os materiais cerâmicos é mostrada na Tabela 4.9.

Tabela 4.9: Análise química da argila (Panzera et al., 2010).

Substância química	Resultados [%]
SiO ₂	48.90
Al ₂ O ₃	36.30
Fe ₂ O ₃	1.09
TiO ₂	0.46
CaO	-
MgO	-
Na ₂ O	-
K ₂ O	0.24
Perda por calcinação (PPC)	13.00

Uma matriz de aço foi usada para fabricar as peças. A cerâmica em pó foi misturada com uma porcentagem de 6% água. O material cerâmico foi vazado e compactado sob dois níveis de pressão, 10 e 30MPa, durante 30 segundos. Os compósitos foram posteriormente sinterizados com uma taxa de aquecimento de 3°C/min até a temperatura de 1200°C, seguido de 40 minutos de sinterização isotérmica. As amostras tiveram as seguintes dimensões: 20,5 × 5 × 70,6mm.

A adição de esteatito em compósitos de argila revelou promissores efeitos sobre as propriedades mecânicas. A pressão de compactação de 30MPa, proporcionou um aumento da retração linear, na densidade aparente, na porosidade e na resistência dos compósitos. A presença de óxido de magnésio no esteatito aumenta a resistência ao choque térmico e diminui a retração durante a sinterização. A distribuição do tamanho de partícula do esteatito de 100-200# melhorou a resistência à flexão de maneira significativa quando fabricado com 20 e 40% de esteatito. Atribuiu-se isso às fases cristalinas formadas, principalmente, de cordierita. A fração de esteatito de 20% apresentou resultados superiores de densidade, porosidade e resistência mecânica nos compósitos cerâmicos. A retração linear variou de 3,52% a 8,48%, a porosidade aparente variou de 24,86% a 43,45%, a densidade aparente variou 1,59 g/cm³ a 2,08g/cm³, a resistência à flexão variou de 44MPa a 127MPa.

O efeito da incorporação de rejeitos de esteatito nas propriedades mecânicas de compósitos cimentícios foi estudado por Strecker et al. (2010). Vários experimentos foram realizados para investigar o efeito dos fatores experimentais: fração e tamanho de partículas de

esteatito e pressões de compactação (10 e 30MPa), sobre as propriedades mecânicas dos compósitos cerâmicos. A Tabela 4.10 apresenta a composição química do rejeito de esteatito usado na produção dos compósitos.

Tabela 4.10: Análise química do esteatito (Strecker et al., 2010).

Substância química	Resultados (%)
SiO ₂	44.73
Al ₂ O ₃	3.70
Fe ₂ O ₃	8.38
TiO ₂	< 0.001
CaO	2.95
MgO	29.28
NaO ₂	<0.001
K ₂ O	<0.001
MnO	0.13
P ₂ O ₃	0.01
Perda por calcinação (PPC)	10.34

Foi observado pelos autores que:

- 1) O aumento da fração de esteatito proporcionou um aumento da densidade aparente e da porosidade aparente dos compósitos. O aumento na densidade aparente pode ser explicado pelo fato de a massa específica do esteatito ser maior que a do cimento utilizado. Já o aumento na porosidade aparente está relacionado com o alargamento dos poros na região interfase esteatito-matriz cimentícia. No entanto, a adição de esteatito proporcionou uma diminuição da resistência à compressão dos compósitos, sendo atribuída à condição de interfase;
- 2) A redução do tamanho de partícula diminuiu a porosidade aparente e aumentou a resistência à compressão mecânica;
- 3) A pressão de compactação afeta significativamente as propriedades mecânicas dos compósitos. O aumento da pressão de compactação de 10 para 30 MPa, não só proporciona um aumento da densidade aparente dos compósitos, mas também aumenta a resistência mecânica e diminui a porosidade aparente.

Okada et al. (2009) produziram cerâmicas porosas a partir de talco e partículas de lã de vidro a baixa temperatura e estudaram sua usinabilidade. Os materiais de partida foram talco, lã de vidro e LiCl (auxiliar de sinterização). As razões em massa de talco para lã de vidro foram 7:03, 8:02, 09:01 e 10:00, e 0, 2 e 5% em massa de LiCl foram adicionados. Nas amostras sem LiCl, talco e lã de vidro foram misturados a seco num moinho de bolas, sem o meio de moagem.

As amostras contendo LiCl foram misturadas úmidas, secou-as em seguida, e novamente foram misturadas usando um almofariz de ágata e pilão, para neutralizar qualquer segregação durante a secagem devido à diferença de densidade dos componentes. Depois da secagem a 110°C durante a noite, os pós foram uniaxialmente prensados a 20MPa em péletes (10 mm) e 50 mm × 5 mm × 2 mm peças-teste. As amostras sem LiCl foram queimadas a 800-1000°C, enquanto aquelas com LiCl foram queimadas a 600-800°C por 12 horas a uma taxa de aquecimento de 1°C/min.

Os autores fizeram as seguintes observações:

- 1) Cerâmicas porosas com resistência significativa podem ser preparadas pela queima a 600-800°C com LiCl, mas não podem ser produzidas sem LiCl mesmo se queimada a 1000°C. O talco destas amostras foram convertidos em enstatita ($MgSiO_3$) sob a influência de sinterização da fase líquida pelo LiCl fundido;
- 2) As resistências à flexão () das amostras resultantes variaram de 6.3Mpa a 16.3MPa. O valor máximo de foi obtido para a amostra com o talco : lã de vidro = 09:01 queimado a 800°C com a adição de 5% em massa de LiCl;
- 3) A taxa de cisalhamento das amostras foi melhorada pela adição de lã de vidro. A amostra com a mais alta resistência pode ser facilmente perfurada, com um furo suave resultante. Esta amostra apresentou uma alta resistência e excelente usinabilidade em comparação com outros materiais de referência de usinagem já relatados.

CAPÍTULO 5 - MATERIAIS E METODOLOGIA

Este trabalho teve como principal enfoque o aproveitamento de rejeitos de região mineradora de pedra-sabão para a produção de cerâmicas estruturais através da adição de argila. O rejeito de pedra-sabão utilizado para o projeto de pesquisa foi cedido pela empresa Ouro Preto Pedra-Sabão (OPPS). A empresa está localizada em Cachoeira do Campo, distrito do município de Ouro Preto-MG. A Figura 5.1 mostra a vista aérea da fábrica.



Figura 5.1: Vista aérea da fábrica (OPPS, 2013).

Atualmente são geradas aproximadamente 30 toneladas diárias de rejeito (pó + materiais grosseiros) de pedra-sabão quando a fábrica está trabalhando com produção máxima.

A argila foi fornecida pela empresa Cerâmicas Braúnas localizada na cidade de Belo Horizonte-MG.

5.1 Homogeneização e quarteamento das matérias-primas

A fim de se alcançar amostras finais representativas da amostra global do rejeito de pedra-sabão foram feitas a homogeneização e quarteamento do material.

Pegou-se o material a ser trabalhado e colocou-o sobre um plástico que estava em cima de uma bancada. Através de movimentos de um lado para o outro realizados repetidas vezes, com o objetivo de homogeneizar o material, formou-se uma pilha cônica que em seguida, foi dividida em quatro partes aproximadamente iguais. Retiraram-se através de uma espátula os lados opostos desta pilha armazenando-os separadamente. Esta etapa foi realizada até se obter a quantidade de material necessário para as análises.

Outro método utilizado para quartear o material foi através da utilização de um quarteador de carrossel modelo Vibro Kraft-Bras torre pertencente à Fundação Gorceix e localizado no CT³. Para o uso deste equipamento o material passou antes pela homogeneização.

A argila cedida pela Cerâmicas Braúnas estava devidamente homogeneizada necessitando apenas da etapa de quarteamento para a retirada de alíquotas para as caracterizações granulométrica e química e para a confecção dos corpos cerâmicos.

5.2 Caracterização granulométrica

A caracterização granulométrica do rejeito de pedra-sabão foi efetuada por peneiramento a úmido utilizando-se amostra previamente homogeneizada e quarteada. O processo de peneiramento foi realizado com peneiras segundo a série Tyler a partir da peneira de 6# (3360 μ m). A fração abaixo de 325# (44 μ m) foi caracterizada utilizando-se o Ciclosizer modelo CC05. Para a caracterização no Ciclosizer, utilizou-se carboximetilcelulose (CMC) como agente para tornar o esteatito mais hidrofílico. Ambas as caracterizações foram feitas na Fundação Gorceix-CT³.

Para a caracterização granulométrica da argila foi utilizado o mesmo princípio usado para a caracterização do rejeito de pedra-sabão.

5.3 Caracterização mineralógica

A caracterização mineralógica do rejeito de pedra-sabão foi realizada por difratometria de raios X, pelo método do pó total, utilizando-se o difratômetro de raios X do Departamento de Geologia (DEGEO/UFOP).

Outra técnica utilizada para a observação dos minerais presentes foi através do uso da microscopia óptica. O microscópio óptico usado pertence à Fundação Gorceix e está localizado no CT³.

Para a caracterização mineralógica da argila utilizou-se o difratômetro de raios X do Departamento de Geologia (DEGEO/UFOP). O método utilizado foi o de pó total.

5.4 Caracterização química

As análises químicas do rejeito de pedra-sabão e da argila foram feitas utilizando-se o método de fluorescência de Raios-X. Os ensaios foram realizados na SGS GEOSOL Laboratórios Ltda em Vespasiano-MG. Foi utilizado tetraborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) para fusão do material.

5.5 Síntese dos materiais cerâmicos

Para a síntese dos corpos cerâmicos utilizou-se a fração do rejeito de pedra-sabão passante na peneira de 100# (tamanho de partícula menor do que 149 μ m), pois, o rejeito

apresentou quantidade muito alta de partículas grosseiras. Isso foi feito para garantir uma melhor densificação dos corpos cerâmicos na etapa de sinterização. Toda a faixa granulométrica da argila foi utilizada para a confecção dos corpos de prova, pois o material apresentou aproximadamente 95% das partículas com tamanho menor do que 6µm.

5.5.1 Composição das massas cerâmicas e fabricação dos corpos de prova

As massas cerâmicas foram produzidas de acordo com os dados apresentados na Tabela 5.1. Na confecção das massas cerâmicas procurou-se misturar as matérias-primas o melhor possível com o objetivo de obter uma massa mais homogênea.

Tabela 511: Composição da mistura da massa cerâmica.

Legenda	Pedra-Sabão (%)	Argila (%)	Água
E50	50	50	Valor constante (Aproximadamente 30mL)
E40	40	60	
E30	30	70	
E20	20	80	
E10	10	90	
E0	0	100	

Para a produção dos corpos de prova foi utilizado um molde feito de aço com as seguintes dimensões: 6 x 2 x 0,5cm. Cada massa cerâmica foi compactada usando uma pressão de 30MPa durante 30 segundos. Para isso, usou-se uma prensa hidráulica manual pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas - UFOP. No total foram produzidos 72 corpos de prova, sendo 12 corpos para cada composição. A Figura 5.2 mostra o molde utilizado para a confecção dos corpos cerâmicos.



Figura 5.2: Molde utilizado para a confecção dos corpos cerâmicos.

5.5.2 Condições de sinterização das massas cerâmicas

Os corpos cerâmicos obtidos na etapa anterior foram secos durante 24h numa estufa a uma temperatura de 110°C e em seguida sinterizados nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C. A taxa de aquecimento foi de 3°C/min até atingir a temperatura desejada seguida por 30 minutos de sinterização isotérmica. A sinterização dos materiais cerâmicos foi feita na Fundação Gorceix-CT³. A Tabela 5.2 apresenta a distribuição dos corpos de prova de acordo com a composição e a temperatura de sinterização.

Tabela 5.12: Distribuição dos corpos de prova segundo a composição e a temperatura de sinterização.

Pedra-Sabão (%)	Argila (%)	Total de corpos	Temperatura 900°C	Temperatura 1000°C	Temperatura 1200°C
50	50	12	4	4	4
40	60	12	4	4	4
30	70	12	4	4	4
20	80	12	4	4	4
10	90	12	4	4	4
0	100	12	4	4	4

5.6 Caracterização das peças cerâmicas

5.6.1 Retração linear

A retração linear foi medida para a queima dos materiais cerâmicos nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C de acordo com a equação 1. Os valores estão expressos em porcentagem.

$$RL_Q = \frac{C_s - C_q}{C_q} \times 100 \quad (\text{eq. 5.1})$$

Onde,

RL_Q = Retração linear após a queima (%).

C_s = Comprimento após secagem na estufa a 110°C em mm.

C_q = Comprimento após a queima em mm.

5.6.2 Absorção de água

Para a medida de absorção de água, os corpos cerâmicos foram adicionados num recipiente com água em ebulição, e mantidos nessa condição por 2 horas. Em seguida foram pesados em balança digital de precisão 0,001g.

A NBR 15270 diz que a absorção de água não deve ser inferior a 8% nem superior a 22%. A equação 2 foi utilizada para determinar o índice de absorção de água.

$$AA = \frac{m_u - m_s}{m_s} \times 100 \quad (\text{eq. 5.2})$$

Onde,

AA = Índice de absorção de água (%).

m_u = massa do corpo de prova úmido (g).

m_s = massa do corpo de prova seco (g).

5.6.3 Massa específica aparente

Para o cálculo da massa específica aparente levou-se em consideração a massa seca inicial, a pesagem do corpo de prova imerso e o peso do corpo de prova úmido. O cálculo da massa específica aparente (MEA) foi feito a partir da equação 3.

$$MEA = \frac{M_q}{M_u - M_i} \quad (\text{eq. 5.3})$$

Onde,

MEA = Massa específica aparente (g/cm^3).

M_q = Massa seca inicial do corpo de prova (g).

M_u = Massa do corpo de prova úmido (g).

M_i = Massa do corpo de prova imerso (g).

5.6.4 Porosidade aparente

Para determinar a porosidade aparente, que são os poros que se comunicam com o exterior do corpo cerâmico, foi usada a equação 4. Os mesmos dados utilizados para o cálculo da massa específica aparente após a sinterização foram utilizados aqui.

$$PA = \frac{M_u - M_q}{M_u - M_i} \times 100 \quad (\text{eq. 5.4})$$

Onde,

PA = Porosidade aparente (%).

M_q = Massa seca inicial do corpo de prova (g).

M_u = Massa do corpo de prova úmido (g).

M_i = Massa do corpo de prova imerso (g).

5.6.5 Perda ao fogo

Após a queima dos corpos cerâmicos em alta temperatura, algumas substâncias volatilizam. Para determinar esta perda, utilizaram-se as massas dos corpos cerâmicos após a secagem a 110°C e após a sinterização, o cálculo foi feito usando equação 5.

$$PF = \frac{M_s - M_q}{M_s} \times 100 \quad (\text{eq. 5.5})$$

Onde,

PF = Perda ao fogo (%).

M_s = Massa do corpo de prova após secagem a 110°C (g).

M_q = Massa do corpo de prova após a sinterização (g).

5.6.6 Resistência à flexão

Para a medida da tensão de ruptura à flexão foi utilizada uma máquina de ensaio universal pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas – UFOP. A medida foi feita por três pontos.

5.6.7 Difração de raios X

A caracterização mineralógica das peças cerâmicas foi feita por difratometria de Raios X, pelo método do pó total. O equipamento usado pertence ao Departamento de Geologia (DEGEO/UFOP). Esta análise teve como principal objetivo observar se houve reação química e consequente formação de fase nas diversas temperaturas de sinterização.

5.6.8 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O MEV é um equipamento capaz de gerar imagens de alta ampliação (até 300.000x) e resolução.

A microanálise dos materiais cerâmicos foi realizada num equipamento modelo Vega 3 Tescan localizado no prédio onde estão os laboratórios de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Minas-UFOP. Procurou-se estudar através dessa análise a morfologia dos corpos cerâmicos sinterizados nas diferentes temperaturas e com composições distintas.

CAPÍTULO 6 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Caracterização granulométrica

6.1.1 Rejeito de pedra-sabão

A Figura 6.1 mostra a distribuição granulométrica do rejeito de pedra-sabão. No Apêndice A está apresentada a tabela com a distribuição granulométrica do rejeito. Em destaque de amarelo nesta tabela é mostrada a fração abaixo de 325# (44 μ m). Pode ser observado que a maior parte do material tem partículas grosseiras, ou seja, com tamanho acima de 44 μ m. Através da análise da Figura 6.1 verifica-se que aproximadamente 80% das partículas têm tamanho maior que 44 μ m.

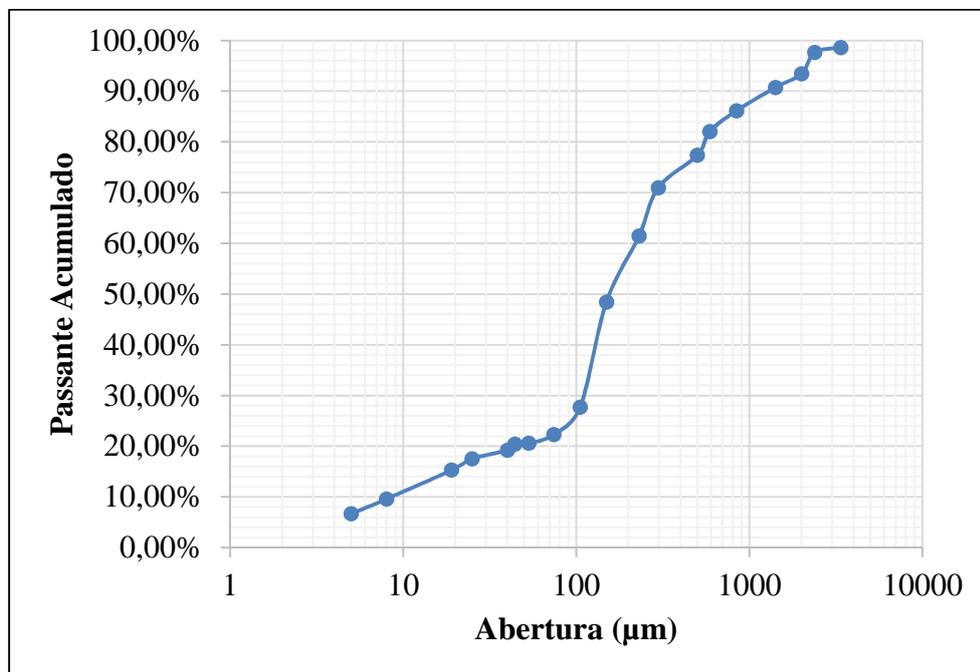


Figura 6.1: Distribuição granulométrica do rejeito de pedra-sabão.

6.1.2 Argila

O mesmo procedimento utilizado para caracterizar granulometricamente o rejeito de pedra-sabão foi utilizado para caracterizar a argila. Na Figura 6.2 está apresentada a curva que mostra a distribuição granulométrica da argila. Aproximadamente 95% deste material tem tamanho de partículas menor do que 6 μ m sendo considerado um material muito fino. No Apêndice A é apresentada a tabela com a distribuição granulométrica da argila.

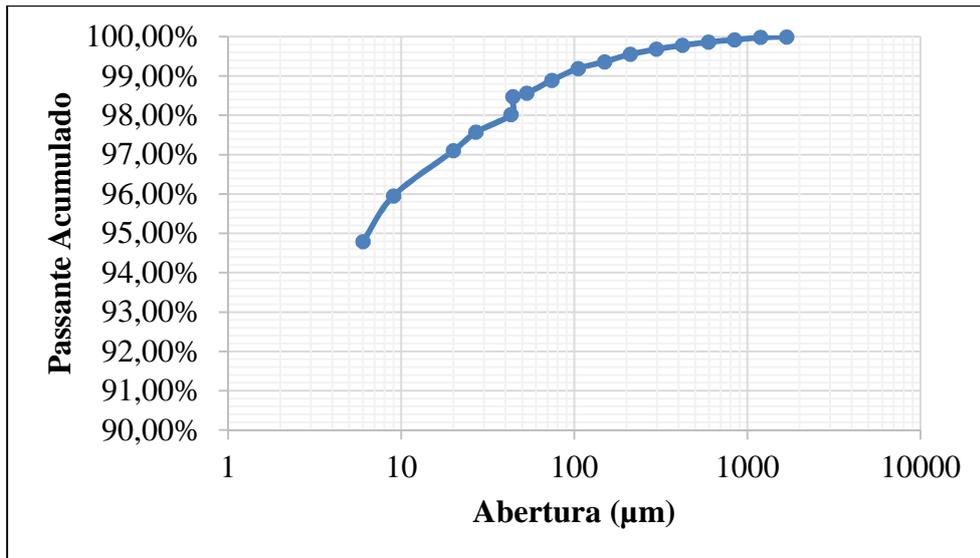


Figura 6.2: Distribuição granulométrica do rejeito de pedra-sabão.

6.2 Caracterização mineralógica

6.2.1 Rejeito de pedra-sabão

Na Figura 6.3 está apresentado o difratograma de raios-X do rejeito de pedra-sabão. Observou-se uma predominância das seguintes fases: talco ($Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$) e clorita ($(Mg,Al,Fe)_{12}(Si, Al)_8O_{20}(OH)_{16}$) e com menor porcentagem os minerais anortita ($(Na_{0,1-0},Ca_{0,9-1})Al(Al_{0,9-1},Si_{0,1-0})Si_2O_8$), muscovita ($KAl_2Si_3AlO_{10}(OH,F)_2$) e dolomita ($CaMg(CO_3)_2$).

A maior porcentagem do mineral talco está condizente com o que diz na literatura, onde este mineral é o constituinte majoritário da pedra-sabão (MOREIRA, 1994).

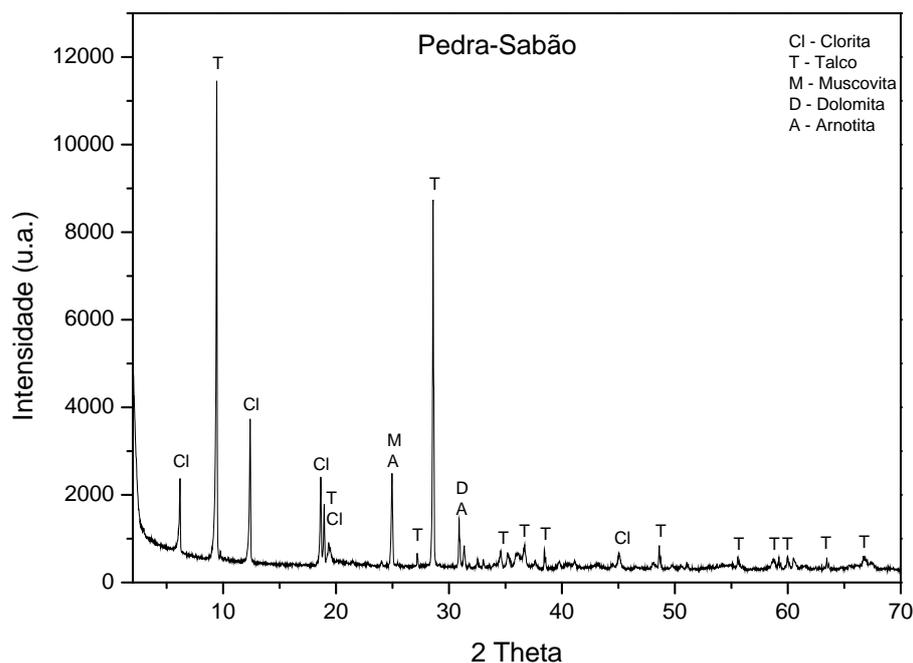


Figura 6.3: Difratoograma de raios-X do rejeito de pedra-sabão.

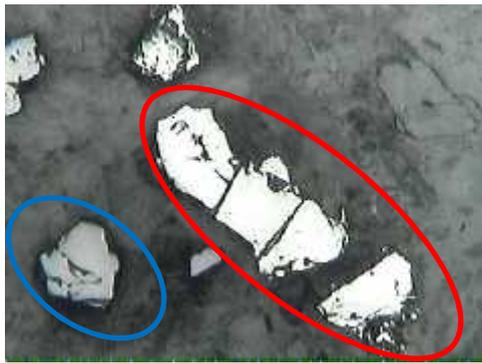
A Figura 6.4 mostra imagens feitas no microscópio óptico com alguns dos minerais presentes no rejeito de pedra-sabão. Na análise verificaram-se alguns pontos do material contido na lâmina, neste caso, alguns minerais mostrados na difração de raios-X pode não ter sido visto aqui ou vice-versa. Relacionando a difração de raios X com a microscopia óptica, percebe-se que alguns minerais são observados numa técnica e não observados na outra. Na técnica de difração de raios X são observadas fases presentes em maior quantidade. Os minerais talco, clinocloro $((Mg,Fe^{2+},Al)_6(Al,Si)_4O_{10}(OH)_8)$ - pertence ao grupo das cloritas) e dolomita foram observados em ambas as técnicas.



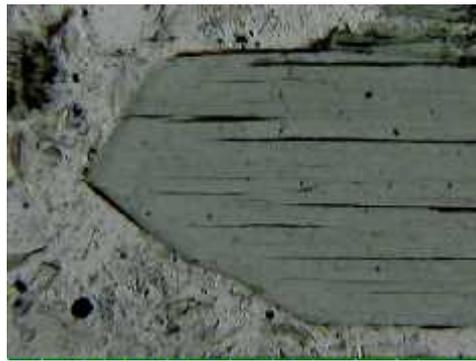
a)



b)



c)



d)



e)



f)

Figura 6.4: Micrografias do rejeito de pedra-sabão: a) Dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) b) Dolomita e talco ($\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$), c) Magnetita (Fe_3O_4 – círculo em vermelho) e Clinocloro ($(\text{Mg},\text{Fe}^{2+})_5\text{Al}((\text{OH})_8/\text{AlSi}_3\text{O}_{10})$ – círculo em azul), d) Actinolita ($\text{Ca}_2(\text{Mg},\text{Fe})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$), e) Pirrotita ($\text{Fe}_{(1-x)}\text{S}$ (com x variando de 0 a 0,2)), f) Pirita (FeS_2).

6.2.2 Argila

Na difração de raios-X da argila foram observadas as seguintes fases como predominantes: caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), muscovita ($\text{KA}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$) e anortita ($(\text{Na}_{0,1-0},\text{Ca}_{0,9-1})\text{Al}(\text{Al}_{0,9-1},\text{Si}_{0,1-0})\text{Si}_2\text{O}_8$). Pode-se concluir que a argila utilizada na pesquisa é caulínica. A Figura 6.5 apresenta o difratograma de raios-X da argila onde estão indicadas as fases predominantes.

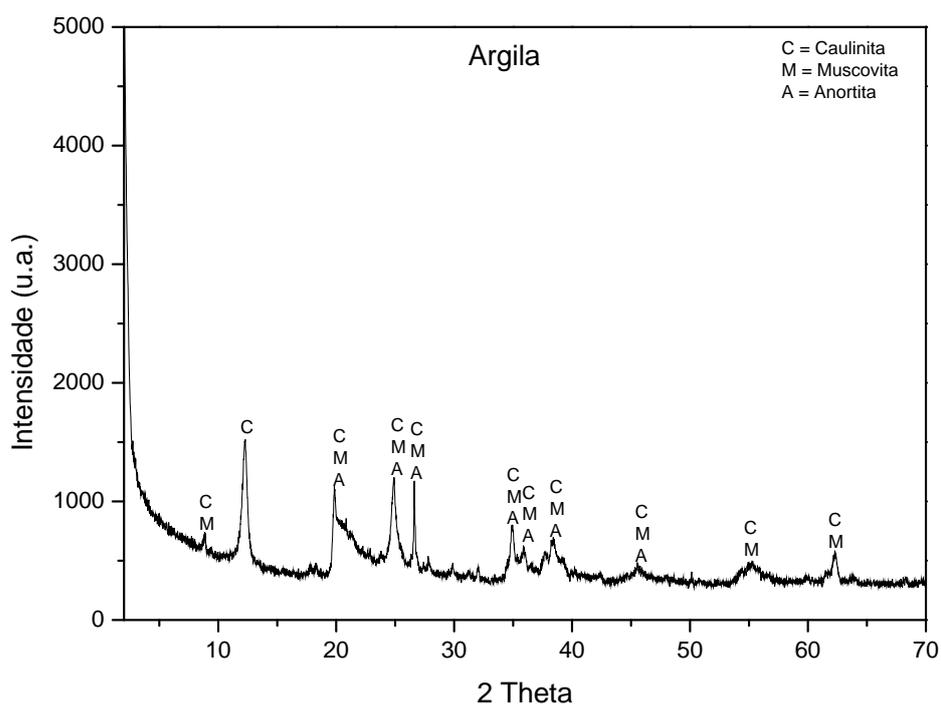


Figura 6.5: Difratoograma de raios-X da argila.

6.3 Caracterização química

6.3.1 Rejeito de pedra-sabão

A análise química do rejeito de pedra-sabão está apresentada na Tabela 6.1. Verifica-se a presença de minerais constituídos principalmente dos elementos Mg, Al, Si, Ca e Fe. Os resultados apresentados na Tabela 6.1 estão semelhantes aos mostrados por Panzera et al. (2010) que encontrou para o rejeito de pedra-sabão a seguinte composição química: 44,73% de SiO₂, 29,28% de MgO, 8,38% de Fe₂O₃, 3,70% de Al₂O₃ e 2,95% de CaO.

Tabela 6.13: Análise química do rejeito de pedra-sabão

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	Si	Fe	PPC*
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
42,00	5,26	8,32	3,58	28,2	0,14	0,033	<0,10	<0,01	0,14	19,7	5,82	11,93

*PPC: Perda por calcinação

6.3.2 Argila

Como pode ser observado na Tabela 6.2, a argila utilizada nesse trabalho é composta principalmente dos elementos Al, Si, Fe, Mg e K.

Esse resultado está coerente com o que diz Santos (1975), em que as argilas são formadas essencialmente de silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio.

Tabela 6.14: Análise química da argila

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	Si	Fe	PPC
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
43,90	32,2	5,22	0,09	0,68	1,11	0,28	<0,10	1,73	<0,01	20,52	3,65	15,05

6.4 Caracterização das peças cerâmicas

6.4.1 Retração linear

A retração linear dos corpos cerâmicos foi medida após a queima nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C com as seguintes adições de esteatito: 0%, 10%, 20%, 30%, 40% e 50% na argila. A tabela com os valores médios para retração linear encontra-se no Apêndice B.

Na superfície de resposta para a retração linear após a queima (Figura 6.6) nota-se que, em toda a faixa de rejeito adicionado na temperatura de 900°C, a retração dos corpos cerâmicos foi menor que 3%. Panzera et al. (2010), verificou que a retração linear dos compósitos de argila variou de 3,52% a 8,48% quando queimados a uma temperatura de 1200°C e com 20% de esteatito.

Mesmo as cerâmicas queimadas a uma temperatura próxima de 1050°C, tiveram uma retração linear entre 3 e 6%, valor este que assegura ao material produzido uma boa aplicação como cerâmica estrutural pelo fato de variar muito pouco as suas dimensões.

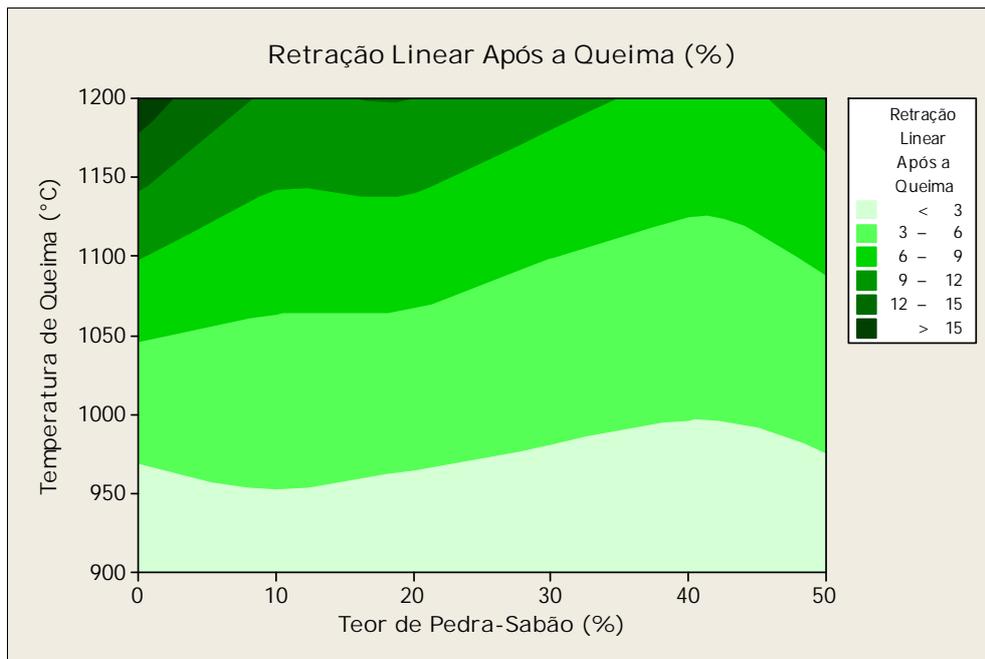


Figura 6.6: Superfície de resposta para a retração linear após a queima.

A Figura 6.7, do gráfico normal para efeitos padronizados para retração linear após a queima comprova o observado na Figura 6.6, que o fator de maior influência na retração linear após a queima da cerâmica é a temperatura seguida, da composição que também exerce um efeito positivo significativo. Já a interação entre os dois fatores possui menor significância quando comparada com os fatores isolados.

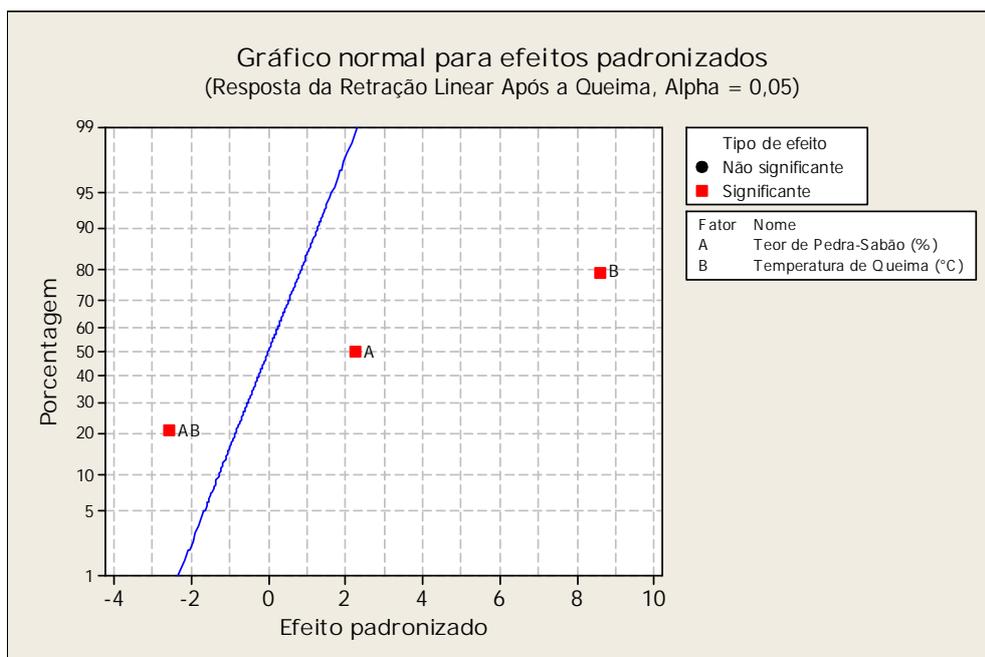


Figura 6.7: Gráfico normal para efeitos padronizados para a retração linear após a queima.

6.4.2 Absorção de água

A absorção de água dos corpos cerâmicos após a queima está representada na Figura 6.8. Como pode ser observado, ocorre uma diminuição da absorção de água à medida que aumenta a temperatura. Isso acontece pois, com o aumento da temperatura, ocorre uma diminuição da quantidade de poros presentes no material. Com a adição de rejeito de pedra-sabão numa faixa de 30 a 45%, em baixas temperaturas, houve uma absorção de água entre 15 e 20%. De acordo com a Norma Brasileira Regulamentadora 15270 (NBR 15270), o índice de absorção de água das cerâmicas estruturais não deve ser inferior a 8% e superior a 22% para que atenda às necessidades mercadológica.

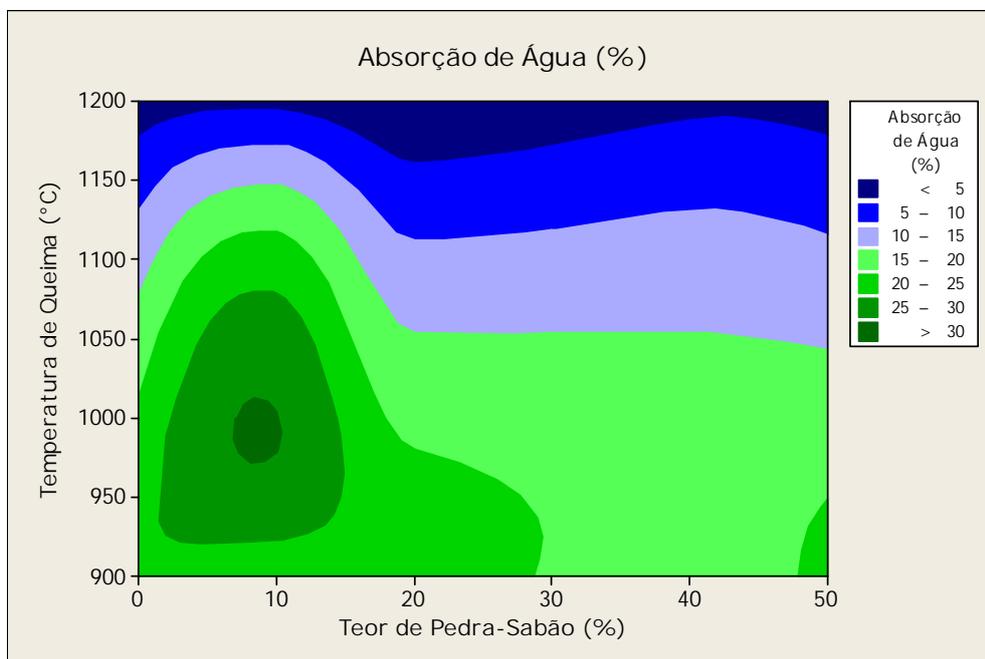


Figura 6.8: Superfície de resposta para a absorção de água dos corpos cerâmicos.

Na Figura 6.9 está apresentado o gráfico normal para efeitos padronizados para absorção de água. Como já mencionado, o fator de maior significância na absorção de água é a temperatura. O teor de rejeito de pedra-sabão, bem como, as interações entre temperatura e rejeito, não tiveram influência significativa sobre a absorção de água. Mas vale lembrar, que com a adição considerável de rejeito, a absorção de água ficou numa faixa que atende às demandas da construção civil (Figura 6.8).

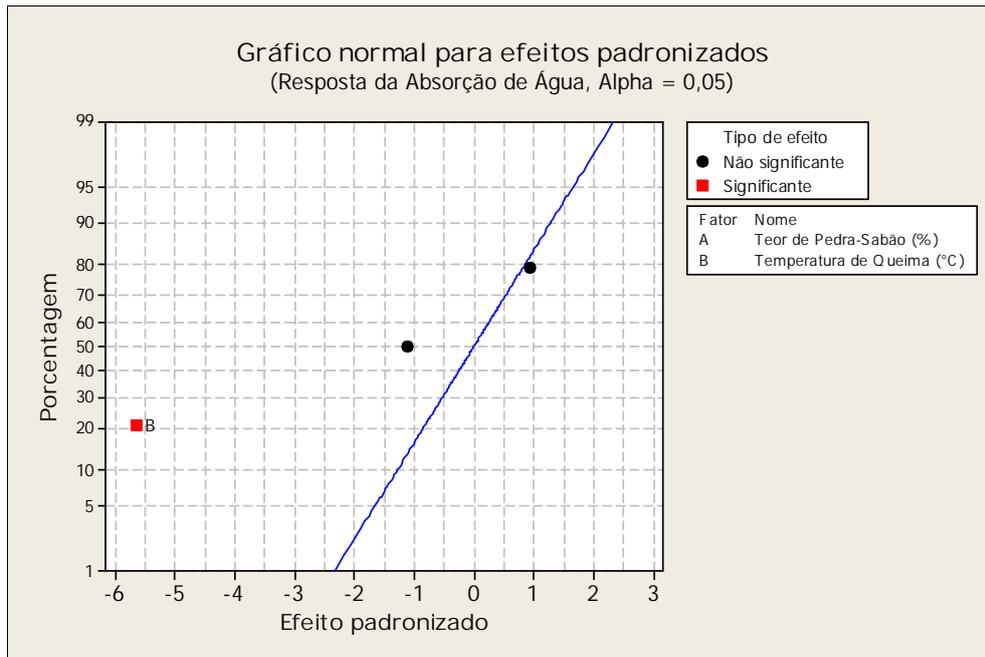


Figura 6.9: Gráfico normal para efeitos padronizados para absorção de água.

6.4.3 Massa específica aparente

A massa específica aparente, assim como, a absorção de água, têm importância significativa na durabilidade dos corpos cerâmicos, fator esse de suma importância para a sua comercialização e aceitação no mercado.

A Figura 6.10 mostra a superfície de resposta para a Massa Específica Aparente (MEA) dos corpos cerâmicos. Assim como ocorreu na absorção de água, o fator mais significativo para a MEA foi a temperatura. Observa-se também, que para um teor de pedra-sabão de até 30%, em baixas temperaturas, a MEA foi menor que $1,8 \text{ g/cm}^3$. No Apêndice B podem ser encontrados os valores médios para a MEA nas temperaturas de 900°C , 1000°C e 1200°C e com o teor de pedra-sabão variando de 0% a 50%. Os resultados dos outros ensaios podem ser encontrados também nesse apêndice.

Panzer et al. (2010) estudaram a densidade aparente de compósitos cerâmicos queimados a 1200°C e com 20% de esteatito. Eles verificaram que ela varia de $1,59 \text{ g/cm}^3$ a $2,08 \text{ g/cm}^3$

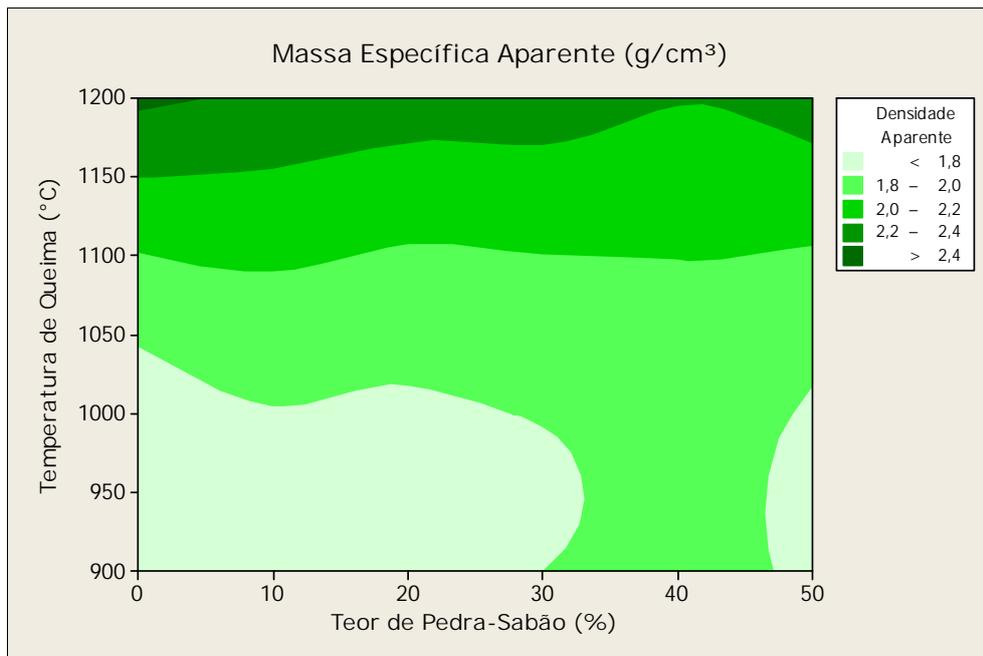


Figura 6.10: Superfície de resposta para a massa específica aparente.

A Figura 6.11 mostra o gráfico normal para efeitos padronizados para a MEA. Novamente, o fator de maior significância para a MEA foi a temperatura seguida, do teor de pedra-sabão adicionado na argila.

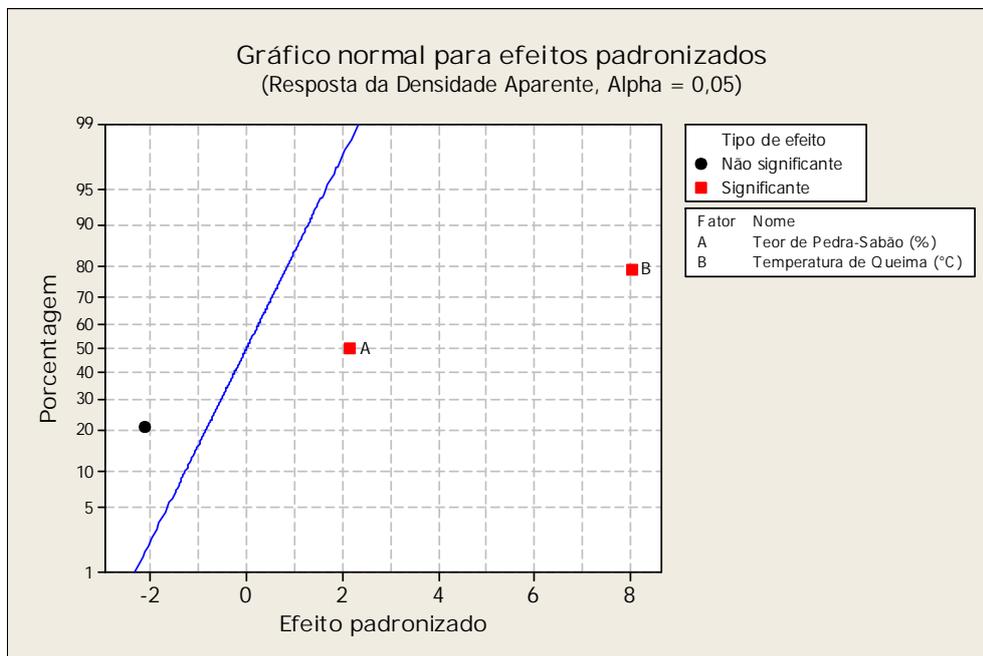


Figura 6.11: Gráfico normal para efeitos padronizados para a massa específica aparente.

6.4.4 Porosidade aparente

A porosidade aparente é uma grandeza inversamente proporcional a MEA. Pode ser observado na Figura 6.12 que em altas temperaturas temos a diminuição da porosidade. Isso está coerente com a densificação que ocorre nos corpos cerâmicos e com a possível formação de fases. Para uma temperatura por volta de 1050°C e em toda a faixa de adição de pedra-sabão, obteve-se a porosidade menor que 35%. Dependendo da aplicação a qual se destina esse material, pode-se produzir uma cerâmica com baixo gasto energético e com um bom aproveitamento do rejeito de pedra-sabão. A menor porcentagem na porosidade refletirá numa maior resistência à flexão do material e o viabilizará em aplicações que exigem materiais com melhores resistência mecânica, como por exemplo para serem utilizados como tijolos na construção civil.

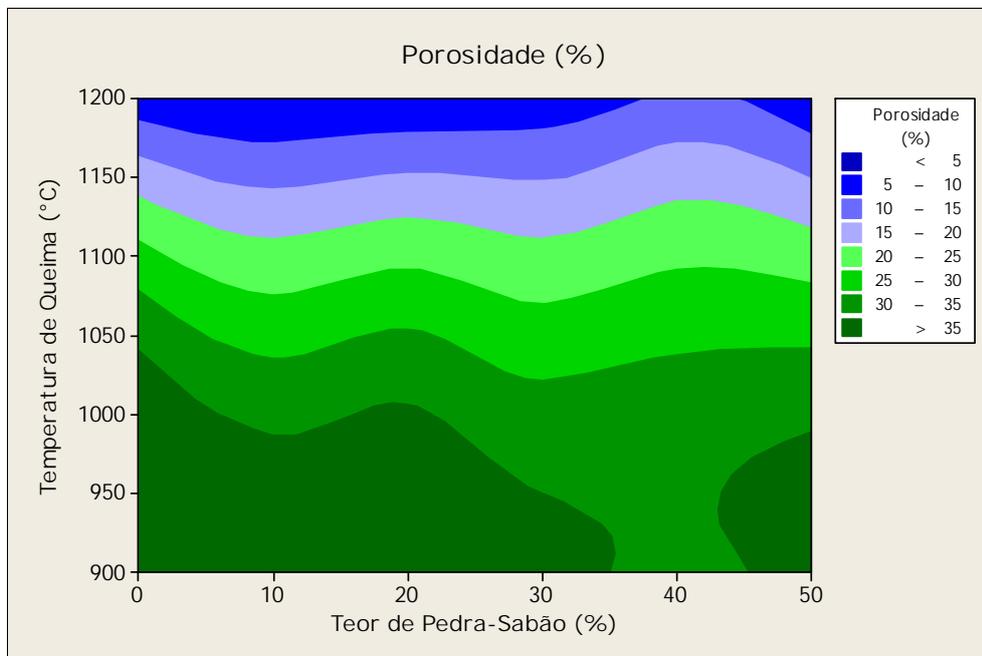


Figura 6.12: Superfície de resposta para a porosidade aparente.

6.4.5 Perda ao fogo

Para os materiais cerâmicos, a perda ao fogo é atribuída à matéria volátil de compostos orgânicos e inorgânicos presente em sua composição. Neste caso, a presença de carbonatos na composição da cerâmica é um fator importante para a Perda ao Fogo.

Na Figura 6.13 pode ser observado que o fator de maior significância de perda ao fogo é a temperatura. O fator teor de pedra-sabão também contribui para perda ao fogo, levando em consideração que há um aumento na quantidade de material volátil adicionado no corpo cerâmico. De acordo com os dados apresentados no Apêndice B, houve muito pouca variação

nos valores da perda ao fogo numa mesma temperatura e para as diferentes composições. A maior diferença é vista para a temperatura de queima de 1200°C. Para a adição de 30% de rejeito de pedra-sabão, os corpos cerâmicos queimados a 900°C tiveram um valor de 13,14% de perda ao fogo. Para esta mesma composição o valor da perda ao fogo foi de 14,04% para os corpos cerâmicos queimados a 1200°C.

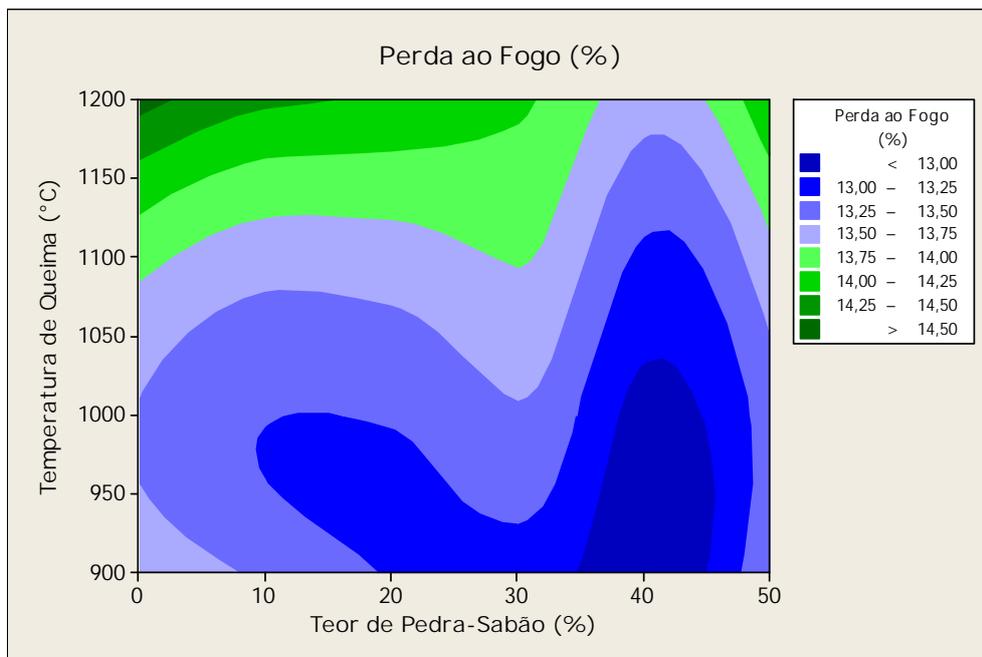


Figura 6.13: Superfície de resposta para a perda ao fogo.

A Figura 6.14 mostra o gráfico normal para efeitos padronizados e corrobora que o fator de maior significância para a perda ao fogo é a temperatura.

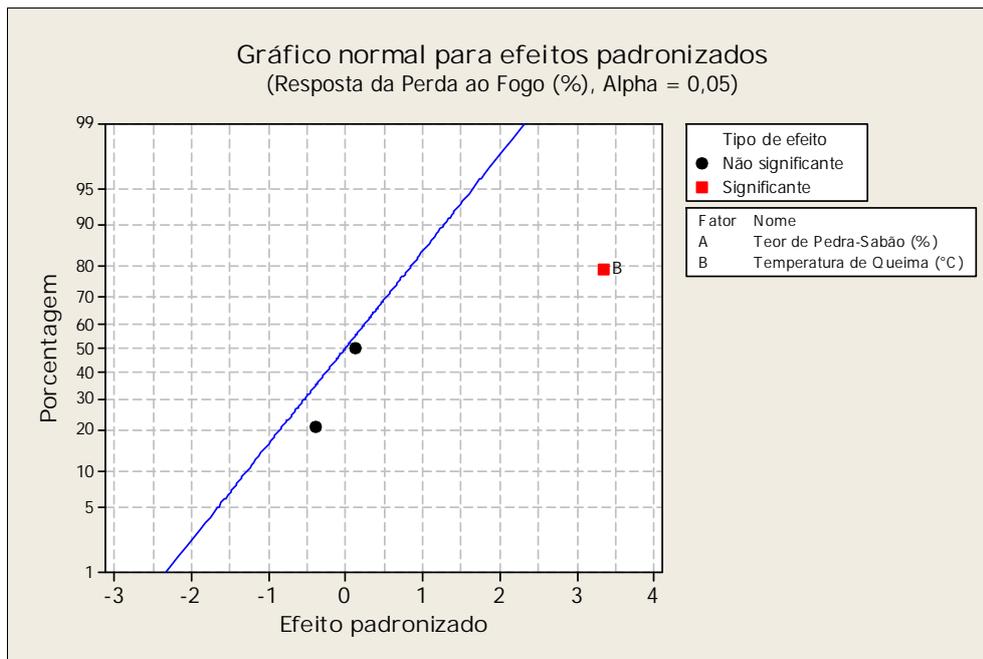


Figura 6.14: Gráfico normal para efeitos padronizados para a perda ao fogo.

6.4.6 Resistência à flexão

Com o aumento da temperatura ocorre uma diminuição da porosidade e uma elevação da massa específica aparente, aumentando assim, a Resistência à Flexão (RF) dos corpos cerâmicos.

No Apêndice B pode ser verificado que para uma mesma temperatura e para as diferentes composições, não houve uma regularidade nos valores da RF. Os maiores valores para a RF foram obtidos para as cerâmicas que foram queimadas a 1200°C e com 0% de pedra-sabão (31,49MPa) e 10% de pedra-sabão (32,00MPa). Para a adição de 30% de pedra-sabão nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C foram obtidos 12,59MPa, 15,36MPa e 19,68MPa respectivamente para a resistência à flexão. Mesmo para a temperatura de 900°C e com a adição de 30% de rejeito, obteve-se uma RF considerável.

Produzindo as cerâmicas utilizando 30% do rejeito e numa temperatura de 900°C, terá um gasto energético menor, boa resistência à flexão, podendo ser utilizadas como cerâmicas estruturais, ao mesmo tempo que contribuirá para o meio ambiente reduzindo esse passivo ambiental.

De acordo com o Apêndice B, para a temperatura de 1000°C e adição de 30%, 40% e 50% de pedra-sabão, as resistências à flexão diminuem com o aumento do teor desse coproduto. Isso pode ser explicado pelo aumento da porosidade a medida que aumenta o teor de pedra-sabão. Por outro lado, a 1200°C, a adição de 50% de esteatito melhorou substancialmente a resistência à flexão das cerâmicas. O aumento da densificação das cerâmicas, com formação de

fase vítrea e a consequente diminuição da porosidade, são possíveis fatores para o aumento da resistência à flexão nessa temperatura.

A Figura 6.15 apresenta a superfície de resposta para a resistência à flexão. Pode ser observado que em baixas temperaturas e com a adição considerável de rejeito de pedra-sabão, obtém-se uma boa RF para o material tornando-o viável para várias aplicações. Valores maiores para a RF foram obtidos em altas temperaturas. Este resultado está de acordo com Panzera et al. (2010) que concluíram que a resistência dos materiais cerâmicos produzidos com rejeitos de pedra-sabão melhorou substancialmente quando nestes foram adicionados 20% e 40% de rejeito.

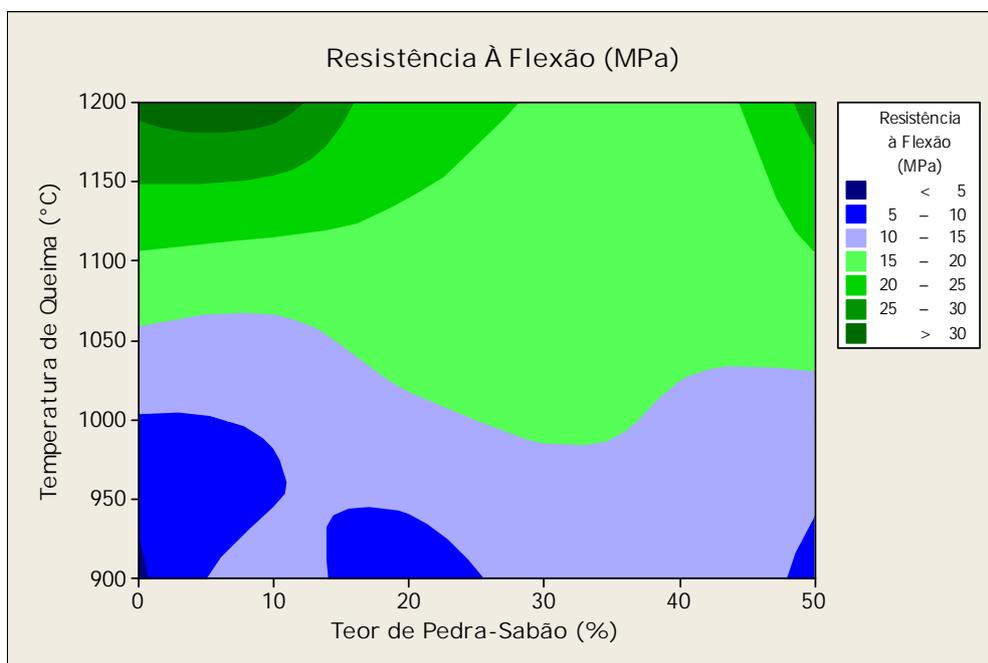


Figura 6.15: Superfície de resposta para a resistência à flexão.

Os efeitos padronizados para a RF estão mostrados na Figura 6.16. Observa-se que o fator mais significativo para a resistência à flexão é a temperatura, seguida do teor de rejeito adicionado. Dessa maneira, pode-se controlar essas duas variáveis de modo a obter um material de baixo custo e que tenha um bom aproveitamento do rejeito gerado.

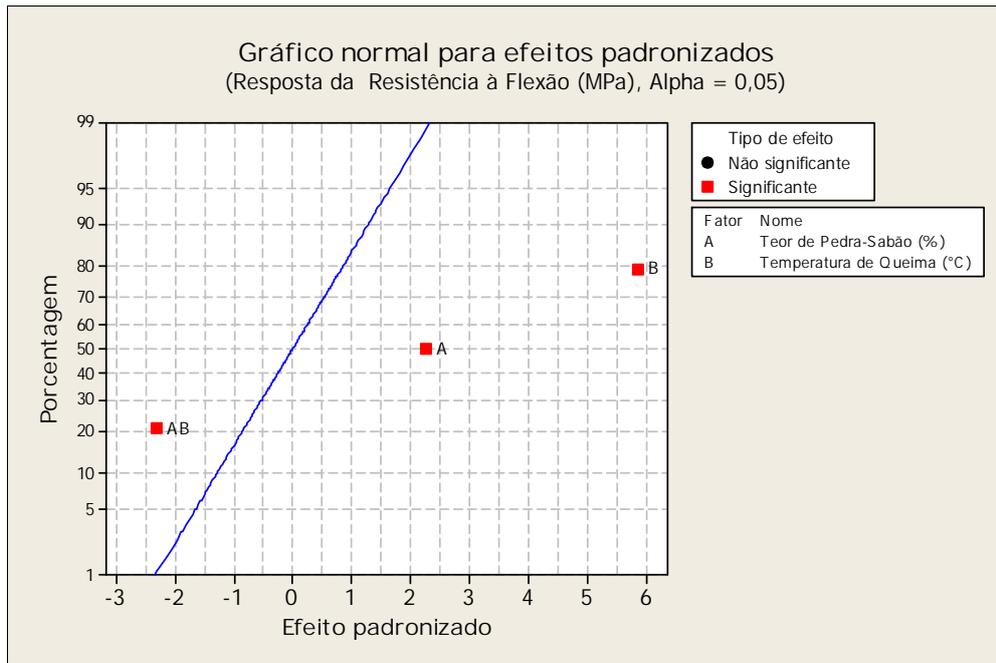
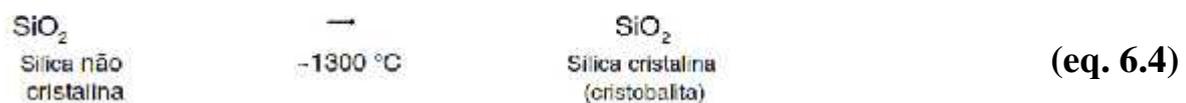
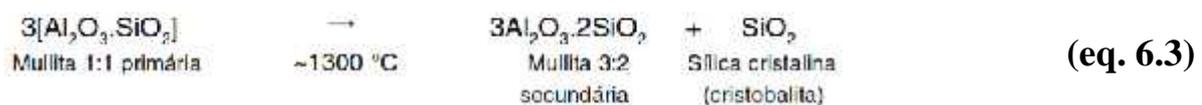
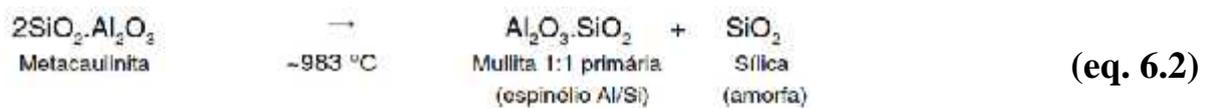
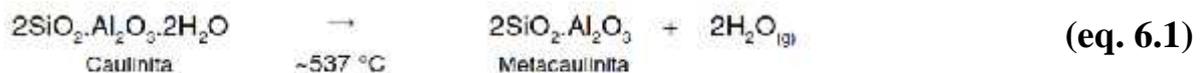


Figura 6.16: Gráfico normal para efeitos padronizados para a resistência à flexão.

6.4.7 Difração de raios X

A Figura 6.17 mostra os difratogramas de raios-X para a argila *in natura*, e para a argila queimada à 900°C, 1000°C e 1200°C. Como já mencionado, as fases predominantes na argila *in natura* são: caulinita, muscovita e anortita.

Na temperatura de 900°C, pode ser observado que já ocorreu a desidratação e transformação de fase da caulinita. Por volta de 537°C, a caulinita começa a sofrer transformações físicas e químicas conforme equações apresentadas (Carneiro et al., 2003).



Pelo fato da análise feita ser de baixa resolução, algumas fases não apareceram no difratograma. A 1000°C observa-se apenas a presença da fase quartzo, sendo que nessa temperatura a mulita primária também é formada.

Na temperatura de 1200°C, verifica-se a presença da fase cristalina mulita secundária. Segundo Carneiro et al. (2003), a formação da mulita se dá acima de 1100°C.

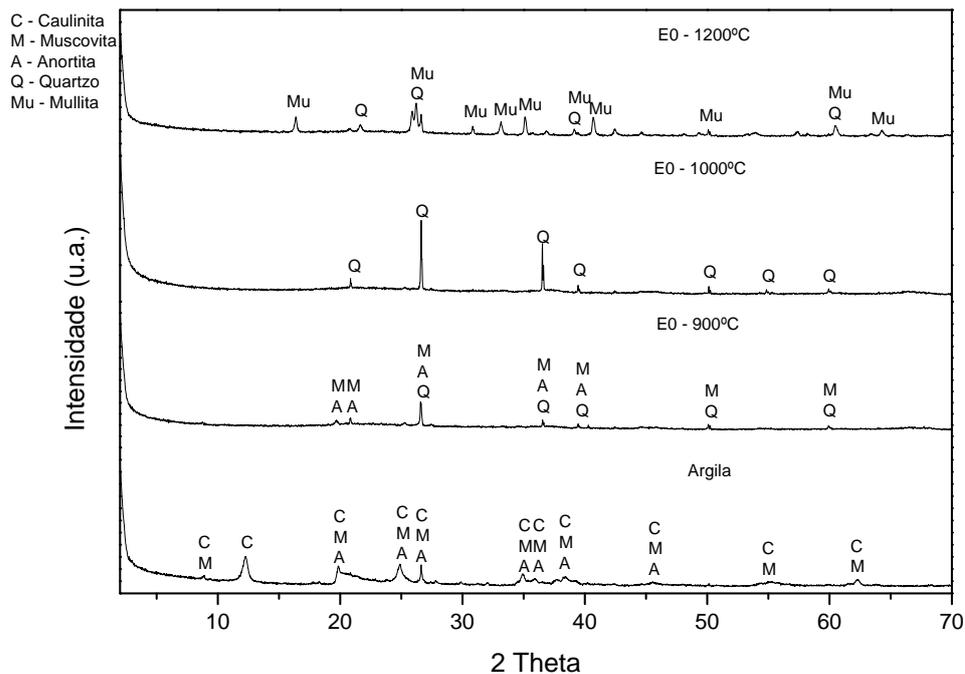


Figura 6.17: Difratogramas de raios-X da argila.

Nos difratogramas de raios-X apresentados na Figura 6.18, são mostradas as fases predominantes na argila, na pedra-sabão e nas cerâmicas com 30% de rejeito de pedra-sabão queimadas nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C. Assim como a caulinita na argila, a principal fase presente na pedra-sabão é o silicato de magnésio hidratado ($Mg_3(Si_4O_{10})(OH)_2$) (talco). A fase cordierita ($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$) é mostrada no difratograma quando os corpos cerâmicos foram queimados à 1200°C.

A medida que se aumenta a temperatura, ocorre transformações químicas das espécies provenientes das matérias-primas. Aza e Monteros (1972), propuseram que a formação da cordierita ($2MgO \cdot 2Al_2O_3 \cdot 5SiO_2$) ocorre mediante duas etapas bem definidas. Primeiramente, a cordierita começa a formar-se a 1100°C por meio de uma reação no estado sólido, conforme Equação 6.5, entre mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), enstatita ($MgO \cdot SiO_2$) e cristobalita (SiO_2). A reação apresenta um ponto máximo em sua cinética a 1275°C.



Na segunda etapa, à medida que a temperatura aumenta, a cordierita previamente formada reage, com a enstatita e a cristobalita, formando um líquido em torno de 1330°C a 1355°C.

Panzer et al. (2010), estudaram as propriedades físicas e mecânicas de compósitos de argila quando a estes foram adicionados rejeito de pedra-sabão. Eles observaram a presença de cordierita nos compósitos com 40% de rejeito e queimados à uma temperatura de 1200°C. Segundo os autores a cordierita formada está relacionada com o conteúdo mais elevado do rejeito utilizado. De acordo com os autores, a cordierita ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) é formada pela reação da mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) com o talco ($\text{Mg}_3(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$), principal constituinte do rejeito.

Neto, Hotza e Moreno (2014), estudando o comportamento térmico de uma formulação de talco/caulim/alumina sobre o mecanismo e a cinética de formação de cordierita observaram que, em 885°C ocorre a desidroxilação do talco, que promove a formação de enstatita ($\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$). Eles observaram também que a 1000°C a metacaulinita começa a ser transformada em mulita. Nesse trabalho constatou-se também a presença de 3 picos exotérmicos a 1230°C, 1305°C e 1335°C. Baseando-se na literatura, os autores afirmaram que o primeiro pico é característico da formação da mulita e que os dois seguintes indicam a formação da cordierita.

A cordierita é uma fase cerâmica, empregada em uma série de aplicações, em temperaturas moderadas, que exigem materiais com baixo coeficiente de dilatação térmica e elevada resistência ao choque térmico. A cordierita se caracteriza também por apresentar uma pequena constante dielétrica e elevada estabilidade química. Materiais a base de cordierita são utilizados na produção de componentes para suporte de catalisadores, filtros, placas para circuitos integrados, refratários de fornos e isolantes térmicos.

Vale lembrar que o foco principal desse trabalho é na produção de cerâmicas estruturais. A maioria dessas cerâmicas podem ser produzidas numa faixa de 800°C a 900°C. Esse trabalho visa também um menor gasto energético na produção das cerâmicas, dando assim um melhor custo/benefício ao material. Devido a importância da fase cordierita nos materiais, pode-se produzir também cerâmicas queimadas à 1200°C para aplicações mais específicas, como as já mencionadas.

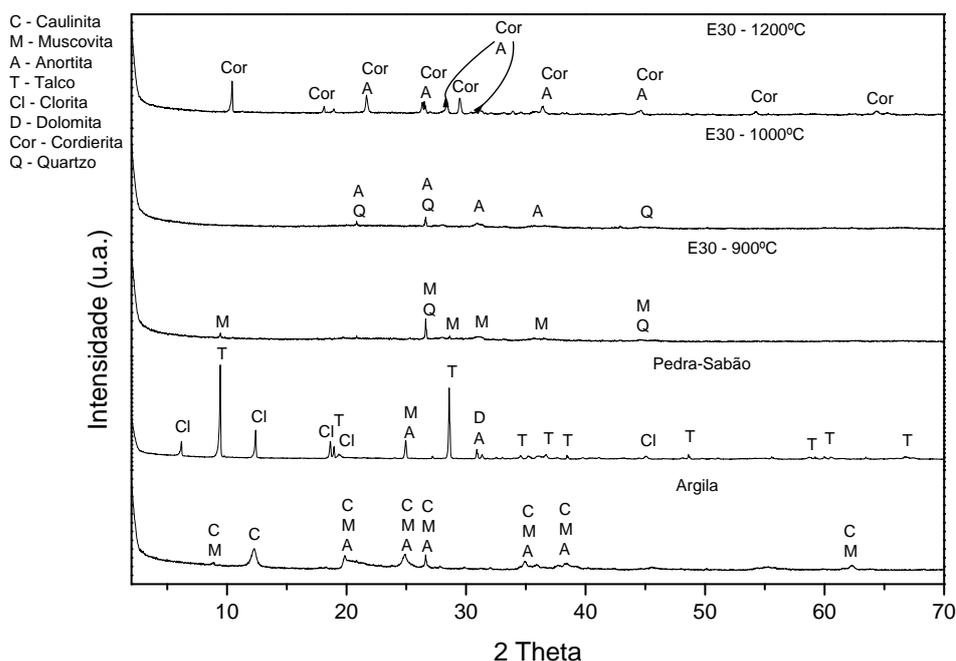


Figura 6.18: Difratoogramas de raios-X da argila, do rejeito de pedra-sabão, e dos corpos cerâmicos com 30% de rejeito queimados à 900°C, 1000°C e 1200°C.

6.4.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

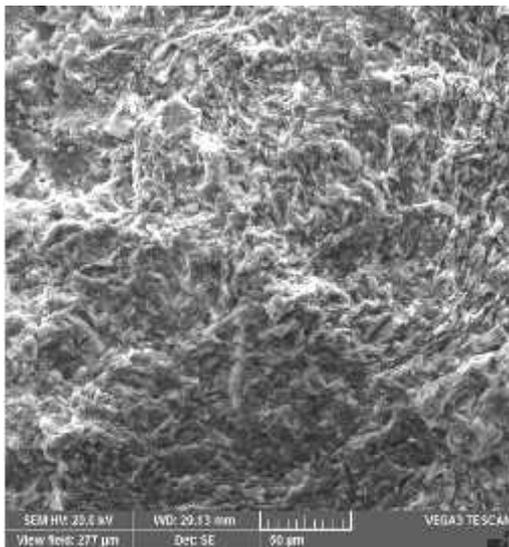
Com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura pode-se observar a microestrutura dos corpos cerâmicos, avaliando a eficiência do processo de queima, bem como, a influência da adição do rejeito de pedra-sabão no material cerâmico.

As Figuras 6.19, 6.20 e 6.21 mostram imagens das cerâmicas queimadas nas temperaturas de 900°C, 1000°C e 1200°C respectivamente. Para cada figura, existem quatro imagens. Duas imagens para as cerâmicas queimadas sem a adição do rejeito e duas imagens para as cerâmicas queimadas com a adição de 30% do rejeito de pedra-sabão. Para cada figura procurou-se mostrar imagens com ampliações maiores e menores.

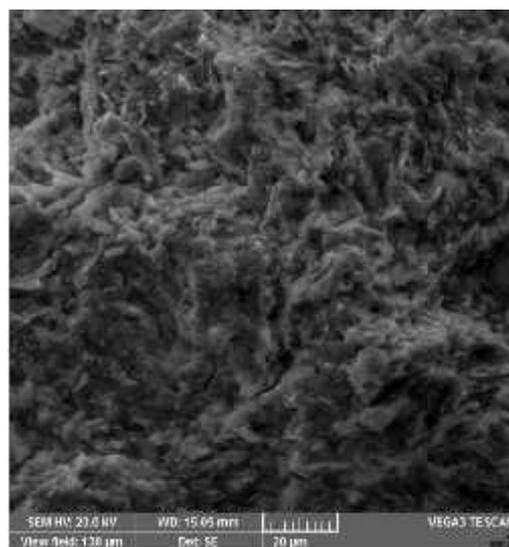
Para as temperaturas de 900°C e 1000°C conforme Figuras 6.19 e 6.20, observa-se uma maior densificação dos corpos cerâmicos em maiores temperaturas e quantidade de rejeito adicionado. Elevadas temperaturas aumentam a vitrificação da cerâmica. Na temperatura de 1200°C (Figura 6.21), observa-se uma maior densificação na cerâmica sem a adição de rejeito. Esse fato pode ser explicado levando em consideração que as partículas da argila são muito finas, favorecendo o processo de sinterização e também pela plasticidade que ela apresenta. Elevadas temperaturas aumenta a vitrificação das cerâmicas tornando o material mais denso.

À medida que a temperatura de queima aumentou, a sinterização das partículas se tornou mais acentuada, assim, ocorreu uma diminuição da porosidade na estrutura do material cerâmico. Essa diminuição na porosidade provavelmente, é devido a formação de novas fases cristalinas como mostrado nas Figuras 6.17 e 6.18. Como consequência dessa formação, houve um aumento da resistência à flexão das cerâmicas (Apêndice B).

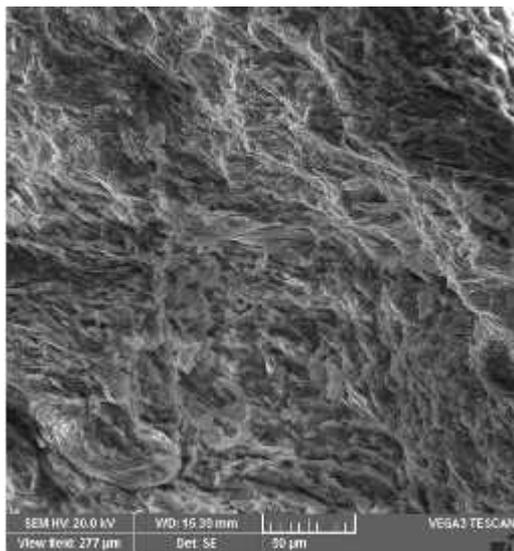
Nas Figuras 6.19 (a e c) não há uma alteração perceptível na morfologia das cerâmicas sem e com adição de rejeito de pedra-sabão. Isso pode ser comprovado pela pequena diferença na porosidade aparente dessas cerâmicas, onde a cerâmica sem a adição de rejeito apresentou 39,66% e a cerâmica com a adição de rejeito apresentou 35,95% de porosidade. Esses valores da porosidade não refletiram de forma proporcional na resistência à flexão. A cerâmica sem adição de rejeito apresentou uma resistência à flexão de 3,91MPa, já a com adição de rejeito apresentou 12,59MPa de resistência à flexão. Essa melhoria na resistência pode estar vinculada a formação de fase, como por exemplo, a enstatita que é formada a partir de 885°C. As Figuras 6.19 (b e d) apresentam mais detalhes da morfologia das cerâmicas queimadas a 900°C, principalmente da cerâmica que foi adicionado o rejeito. Verifica-se na Figura 6.19d a formação de agulhas que aumenta a coesão entre as partículas, diminuindo assim, a porosidade e aumentando a resistência à flexão.



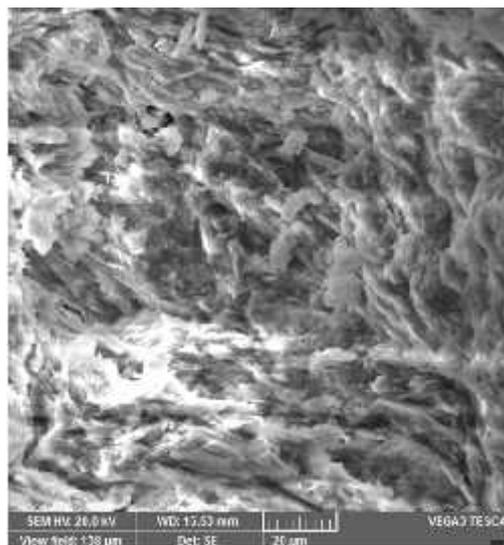
(a)



(b)



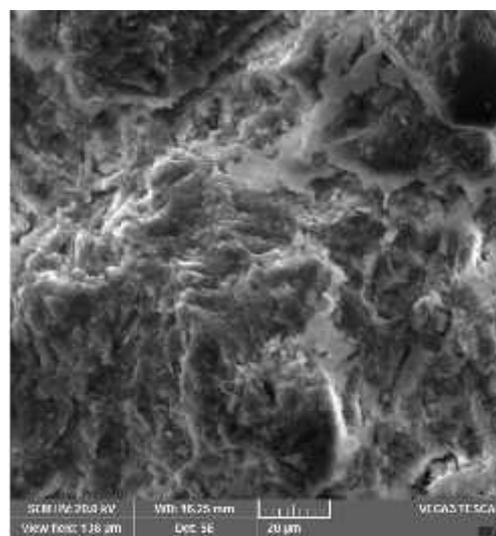
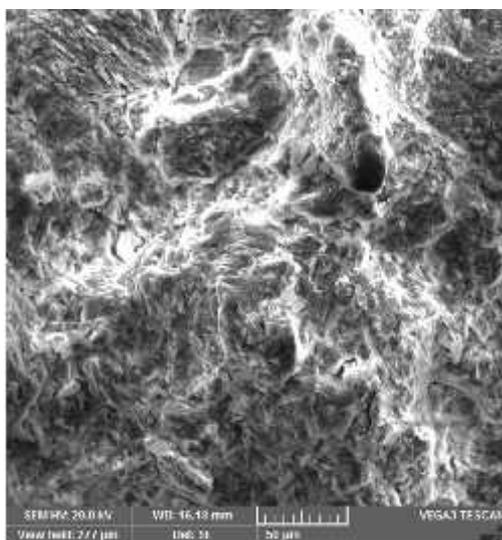
(c)



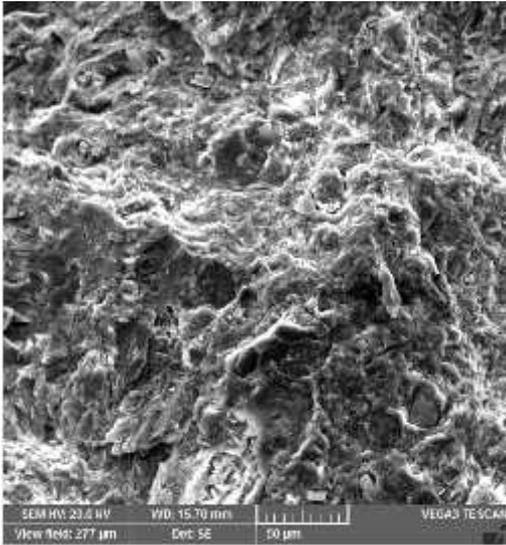
(d)

Figura 6.19: MEV das cerâmicas queimadas a 900°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 1000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.

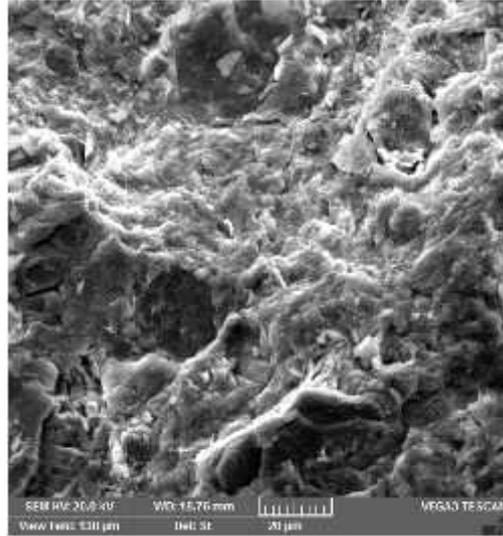
A Figura 6.20 apresenta as cerâmicas queimadas a 1000°C. Conforme pode ser observado nas imagens, houve uma diminuição na porosidade das cerâmicas com adição de rejeitos de pedra-sabão (c e d) em relação aquelas que não foram adicionados rejeitos. Uma maior densificação do material pode ser notada nas imagens c e d com conseqüente melhoria nas propriedades mecânicas das cerâmicas, principalmente no que diz respeito à resistência à flexão. A Figura 6.20b mostra o processo de vitrificação da argila que pode ser evidenciado por pequenas lamelas.



(a)



(b)

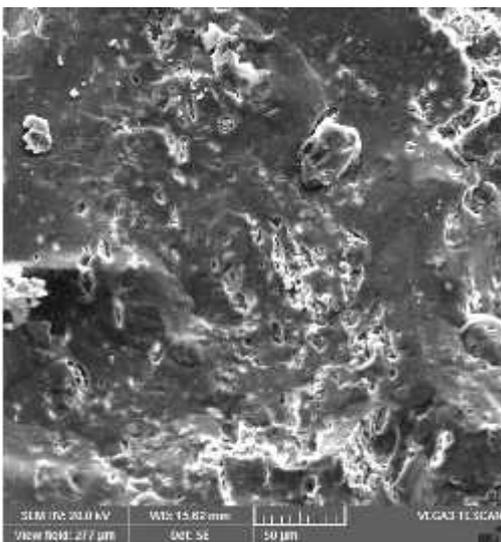


(c)

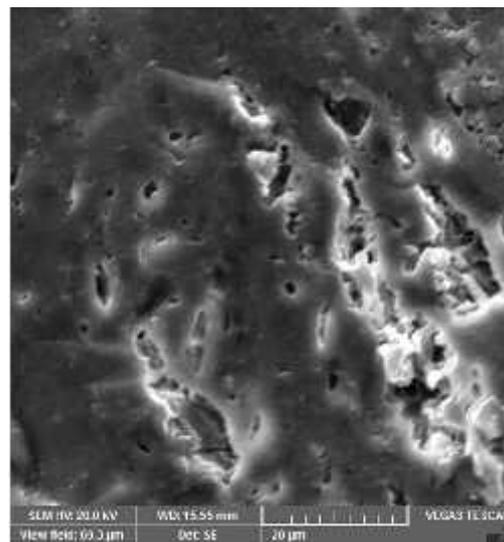
Figura 6.20: MEV das cerâmicas queimadas a 1000°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 1000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.

(d)

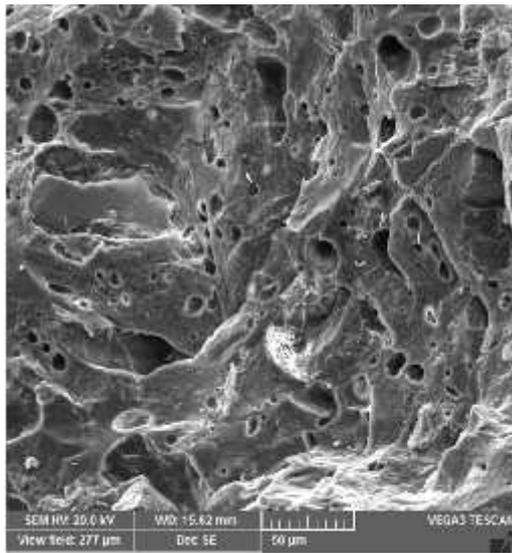
Nas cerâmicas queimadas a 1200°C é perceptível as alterações morfológicas nesses materiais. Pode-se notar que os corpos cerâmicos sem a adição de rejeito (a e b) apresentam bem vitrificados o que caracteriza formação de fase, como por exemplo, a formação da mulita. Já nas cerâmicas que foram adicionados rejeitos (c e d) percebe-se um aumento na porosidade desses materiais. Esse aumento na porosidade é consequência da formação da fase cordierita conforme já mostrado na análise de raios-X (Figura 6.18).



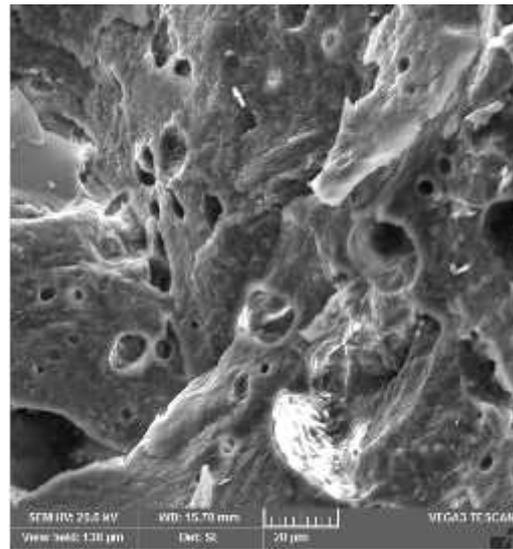
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6.21: MEV das cerâmicas queimadas a 1200°C. (a) sem a adição de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (b) ampliação de 2000x (c) adição de 30% de rejeito de pedra-sabão ampliação de 500x e (d) ampliação de 1000x.

6.4.9 Cores das cerâmicas

A Figura 6.22(a) mostra que as composições cerâmicas antes da queima apresentaram cores cinza escura. A Figura 6.22(b) mostra que, após a queima nas temperaturas de 900°C e 1000°C os corpos cerâmicos apresentaram uma cor avermelhada que não varia nas diferentes composições. Por outro lado, a 1200°C, as cerâmicas tornaram-se amarela/laranja ou verde escuro. Pode-se notar que a coloração adquirida após a queima da cerâmica é consequência direta da composição e da temperatura de queima.

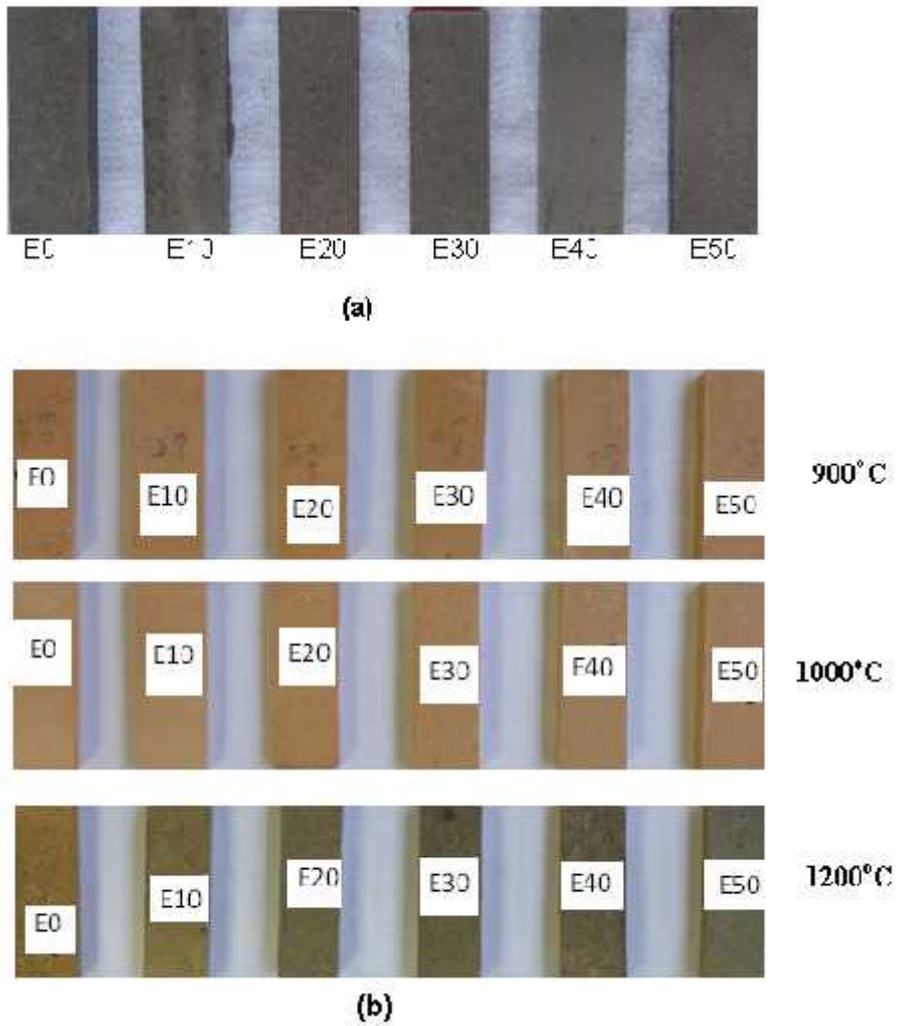


Figura 6.22: Cores das cerâmicas: (a) depois de secas à 110°C (b) queimadas à 900°C, 1000°C e 1200°C.

Essa variação nas cores das cerâmicas produzidas, fornece a esses materiais uma vantagem comercial, embelezando e contrastando os objetos fabricados com essas cerâmicas.

CAPÍTULO 7 – CONCLUSÕES

Observou-se nos resultados experimentais que a adição de rejeito de pedra-sabão no material cerâmico, mostrou-se promissor na produção de um material que pode ser utilizado como cerâmica estrutural. A adição de 30% de rejeito para as cerâmicas queimadas a 900°C, melhorou consideravelmente a resistência à flexão do material cerâmico quando comparada com as cerâmicas que não receberam adição de rejeito. Foram obtidas respectivamente resistências à flexão de 3,91MPa e 12,59MPa para os corpos cerâmicos com 0% e 30% de rejeito queimados numa temperatura de 900°C.

Para as cerâmicas queimadas a 1000°C e com 30% de rejeito de pedra-sabão, assim como aconteceu com as cerâmicas queimadas a 900°C, houve um aumento na resistência à flexão desses materiais. Com a adição de 30% de rejeito a resistência foi de 15,36MPa e sem a adição de rejeito a resistência foi de 9,65MPa.

Nas cerâmicas queimadas a 1200°C o efeito foi contrário ao que aconteceu nas temperaturas anteriores. Por exemplo, sem a adição de rejeito, a resistência à flexão foi de 31,49MPa, enquanto que, com a adição de 30% do rejeito a resistência foi de 19,68MPa. Na temperatura de 1200°C com a adição de 30% de rejeito, houve formação da cordierita tornando o material muito poroso, característica essa observada na difração de raios-X e na microscopia eletrônica. Vale lembrar, que a 1200°C, a presença de fase líquida participou fortemente no processo de sinterização, ocorrendo a formação de um material vitrificado. Assim, os fatores porosidade e formação de fase vítrea influenciaram nas propriedades físicas das cerâmicas sinterizadas nessa temperatura.

Nas temperaturas de 900°C e 1000°C já se consegue obter uma cerâmica com uma boa resistência mecânica, levando em consideração o aproveitamento satisfatório do rejeito de pedra-sabão. Com isso, pode ser produzido um material para ser empregado como cerâmica estrutural com economia de energia e que contribua para o meio ambiente, minimizando ou até mesmo erradicando esse passivo ambiental. Dentre os materiais que podem ser produzidos, podemos destacar tijolos, telhas, blocos, dentre outros.

A utilização dos rejeitos de pedra-sabão para a produção de cerâmicas estruturais, beneficiará o meio ambiente e por outro lado, abrirá oportunidades de trabalho para a produção das cerâmicas.

A modulação de cores das cerâmicas produzidas, agrega a elas valor comercial. Assim, a adição de rejeito de pedra-sabão à massa cerâmica mostrou-se viável do ponto de vista técnico.

CAPÍTULO 8 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Viabilidade de produção de cerâmicas estruturais utilizando as partículas mais grossas ou moagem do rejeito para o seu total aproveitamento na produção de cerâmicas.

Estudo da viabilidade do material produzido ser utilizado como suporte de catalisador.

Estudo do comportamento térmico e elétrico do material.

Estudo de outras aplicações da cerâmica produzida como em calçamentos, tubulações, absorvedor de óleos, etc.

CAPÍTULO 9 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMARAL, R. Q. **Talco e Pirofilita. Sumário Mineral 2011. DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral- Ministério de Minas e Energia.** Vol. 31. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br>>. Acesso em: 23 mai. 2012.

ASLANOGLU, Z.; SOYKAN, H. S.; ERDEM, Z.; ENTURK, E. **Effects of Boron Oxide Addition on Dielectric Properties of Low Loss Steatite Ceramics.** Ceramics – Silikáty 54 (4) 310-314, 2010.

AZA, S.; Monteros, J. E. **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio.** 11, 315, 1972.

BERG, E.A.T. **Aplicação do talco na indústria cerâmica.** In: III Encontro Nacional do Talco. Ponta Grossa-PR. Anais, p.11-21, 1986.

CALLISTER, Jr., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução,** Tradução: Sérgio Murilo Stamile Soares, Ed. LTC, Rio de Janeiro, RJ, 2008.

CAMPOS, L. E. G. **Talco e Pirofilita. Balanço Mineral Brasileiro 2001, DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral – Ministério de Minas e Energia.** 19p. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br>>. Acesso em: 12 mar. 2012.

CARNEIRO, B. S.; ANGÉLICA, R. S.; SCHELLER, T.; CASTRO, E. A. S. **Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará.** Cerâmica 49, 237-244, 2003.

CHANDRA, N.; AGNIHOTRI, N.; BHASIN, S. K. **Sintering characteristics of talc in the presence of phosphatic and alkali carbonate sintering activators.** Ceramics International 30, 643–652, 2004.

CHANDRA, N.; AGNIHOTRI, N.; BHASIN, S.; KHAN, A. F. **Effect of addition of talc on the sintering characteristics of fly ash based ceramic tiles.** Journal of the European Ceramic Society 25, 81–88, 2005.

CHIANG, Yet-Ming; BIRNIE, D. P.; KINGERY, W.D., **Physical Ceramics: Principles for ceramic science and engineering**. Ed. John Wiley & Sons, New York, 1997.

CLIFTON, R. A. **Talc and pyrophyllite**. Washington: Bureau of Mines, p.380-385 (Bulletin 675), 1985.

DANA, J. D.; HURLBULT, C. S. **Manual de mineralogia**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, V.2, 1984.

Disponível em: <<http://www.imerystalc.com>> Acesso em: 7 de abr. de 2012.

DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral- Ministério de Minas e Energia. Anuário Mineral Brasileiro 2010. Disponível em: <<http://www.dnpm.gov.br>>. Acesso em: 23 mai. 2012.

FILHO, J. F. **Geologia do Talco e Pirofilita. Principais Depósitos Mineraiis do Brasil: Rochas Mineraiis e Industriais**. Vol. 4. Parte C. Brasília: DNPM. 4V, 1997.

Geologia, Mineração e Transformação Mineral. MME – Ministério de Minas e Energia. Anuário estatístico do setor de transformação de não metálicos 2012. Disponível em: <<http://www.mme.gov.br>> Acesso em: 30 de jul. de 2013.

GERMAN, R. M.; SURI, P.; PARK, S. J. **Review: liquid phase sintering**. J Mater Sci, 44:1–39, 2009.

GÖKÇE, H.; AGAOGULLARI, D.; ÖVEÇOĞLU, M. L.; DUMAN, I.; BOYRAZ, T. **Characterization of microstructural and thermal properties of steatite/cordierite ceramics prepared by using natural raw materials**. Journal of the European Ceramic Society 31, 2741–2747, 2011.

KANG, Suk-Joong L. **Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure**. Elsevier Butterworth-Heinemann. Linacre House, Jordan Hill, Oxford OX2 8DP, 2005.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 720p, 2005.

MARINO, L. F. B.; MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, A. O. **A Expansão Térmica dos Revestimentos Cerâmicos. Parte V: Efeitos da Adição de Talco**. *Cerâmica Industrial*, 5 (5) 47-50. Setembro/Outubro, 2000.

MOREIRA, M. D. **Aplicações dos Minerais e Rochas Industriais**. Salvador: Sociedade Brasileira de Geologia, Núcleo Bahia Sergipe: Superintendência de Geologia e Recursos Minerais: Associação Baiana de Geólogos, 1994.

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

NETO, J.B.R.; HOTZA, D.; MORENO, R. **Efeito da ativação mecânica de uma formulação de talco/caulim/alumina sobre o mecanismo e a cinética de formação de cordierita**. *Quim. Nova*, Vol. 37, No. 2, 195-199, 2014.

OKADA, K.; IKAWA, F.; ISOBE, T.; KAMESHIMA, Y.; NAKAJIMA, A. **Low temperature preparation and machinability of porous ceramics from talc and foamed glass particles**. *Journal of the European Ceramic Society* 29, 1047–1052, 2009.

OLIVEIRA, D.E. **Uso do Talco na Indústria Cerâmica**. In: IV Encontro Nacional do Talco, II Simpósio de Cargas Minerais. Ponta Grossa-PR. Anais, p. 227-232, 1988.

OPPS (Ouro Preto Pedra-Sabão) - Mineração, Construções, Indústria e Comércio Ltda. Disponível em: < <http://www.opps.com.br/portugues2.html> >, Acesso em: 13 de maio de 2013.

PANZERA, T. H.; STRECKER, K.; OLIVEIRA, L. G.; VASCONCELOS, W. L.; SCHIAVON, M. A. **Effect of Steatite Waste Additions on the Physical and Mechanical Properties of Clay Composites**. *Materials Research*. 13(4): 535-540, 2010.

PINHEIRO, J. C. F., **Perfil Analítico do Talco**. Boletim M.M.E/DNPM. Rio de Janeiro. nº22, p.1-4, 1973.

PONTES, I. F., ALMEIDA, S. L. M. Talco. In: **Rochas e Minerais Industriais-Usos e Especificações**. Editores: Luz, A. B., Lins, F. F.. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, p. 607-628, 2005.

SANTOS, P.S. **Tecnologia de Argilas**. Editora: Edgard Blücher, Editora da Universidade de São Paulo. Vol. 1 – Fundamentos. São Paulo, Cap.1, 1975.

SOUZA, A. M. **Sinterização em duas etapas de Pós Ultrafinos de Alumina**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa - Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Ponta Grossa, 2011.

SOYKAN, H. S. **Low-temperature fabrication of steatite ceramics with boron oxide addition**. *Ceramics International* 33, 911-914, 2007.

STRECKER, K.; PANZERA, T. H.; SABARIZ, A. L. R.; MIRANDA, J. S. **The effect of incorporation of steatite wastes on the mechanical properties of cementitious composites**. *Materials and Structures* 43:923–932, 2010.

Teaching Phase Equilibria. **Ternary Phase Diagrams**. Disponível em: <http://serc.carleton.edu/research_education/equilibria/ternary_diagrams.html> Acesso em: 24 mai. 2012

VELA, E.; PEITEADO, M.; GARCÍA, F.; CABALLERO, A. C.; FERNÁNDEZ, J. F. **Sintering behaviour of steatite materials with barium carbonate flux**. *Ceramics International* 33, 1325–1329, 2007.

Apêndice A: Tabelas de distribuição granulométrica

Rejeito de pedra-sabão

ABERTURA	PESO	RETIDO	ABERTURA	PESO	RETIDO
μm	(g)	%	μm	(g)	%
Alimentação	440,96				
3360	6,10	1,38%	105	91,45	20,74%
2380	4,28	0,97%	74	23,82	5,40%
2000	18,53	4,20%	53	7,49	1,70%
1410	12,03	2,73%	44	0,76	0,17%
840	20,22	4,59%	40	5,19	1,18%
590	17,97	4,08%	25	7,52	1,71%
500	20,58	4,67%	19	9,86	2,24%
297	28,27	6,41%	8	25,04	5,68%
230	42,00	9,52%	5	13,03	2,95%
149	57,46	13,03%	- 5	29,34	6,65%

Argila

ABERTURA	RETIDO	RETIDO
μm	%	%
Alimentação	Simplex	Acumulada
1680	0,01%	0,01%
1190	0,01%	0,02%
840	0,06%	0,08%
594	0,06%	0,14%
420	0,08%	0,22%
297	0,10%	0,32%
210	0,13%	0,45%
149	0,19%	0,63%
105	0,17%	0,80%
74	0,30%	1,10%
53	0,33%	1,43%
44	0,09%	1,52%
43	0,45%	1,98%
27	0,45%	2,42%
20	0,47%	2,89%
9	1,15%	4,04%
6	1,16%	5,20%
-6	94,80%	100,00%
Soma	100,00%	

Apêndice B: Ensaio realizados nos corpos cerâmicos

Temperatura de Queima e Teor de Pedra-Sabão na Mistura	Porosidade Aparente (%)	Absorção de Água (%)	Retração Linear após a Queima (%)	Resistência à Flexão (MPa)	Massa Específica Aparente (g/cm ³)	Perda ao Fogo (%)
900°C						
E0	39,66	24,98	2,71	3,91	1,61	13,75
E10	38,91	21	2,38	12,22	1,70	13,44
E20	37,30	22,56	2,29	6,41	1,73	13,23
E30	35,95	19,65	2,38	12,59	1,80	13,14
E40	34,05	17,47	1,81	13,64	1,88	12,82
E50	37,44	21,45	2,45	8,42	1,72	13,50
1000°C						
E0	39,04	20,85	3,92	9,65	1,69	13,48
E10	33,80	30,09	4,05	10,62	1,79	13,26
E20	35,53	18,82	3,82	14	1,77	13,27
E30	31,89	18,04	3,35	15,36	1,81	13,47
E40	32,68	17,33	3,06	14,66	1,88	12,92
E50	34,10	17,57	3,48	13,12	1,77	13,38
1200°C						
E0	6,60	2,42	16,94	31,49	2,44	14,59
E10	4,71	3,68	11,62	32,06	2,36	14,30
E20	5,51	0,68	11,97	21,37	2,30	14,21
E30	6,80	1,92	9,83	19,68	2,30	14,04
E40	10,71	3,87	8,28	17,98	2,21	13,61
E50	5,70	3,06	10,54	27,10	2,30	14,23

Para o cálculo da resistência à flexão utilizou-se a seguinte fórmula:

$$TRF \text{ (Kgf/cm}^2\text{)} = 3PL/2bh^2$$

onde,

TRF = Tensão de ruptura à flexão; P = Carga obtida no momento da ruptura do corpo de prova (Kgf); L = Distância entre os apoios dos corpos de prova (cm); b = Largura do corpo de prova no local da ruptura (cm); h = Altura do corpo de prova no local da ruptura (cm)

As siglas E0, E10, E20, E30, E40 e E50, representam respectivamente os corpos cerâmicos com 0, 10, 20, 30, 40 e 50% de pedra-sabão.