AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE CERÂMICA ARILOSA INCORPORADA COM ARGILITO¹

Regina Maria Pinheiro² Sergio Neves Monteiro³ Carlos Maurício Fontes Vieira⁴

Resumo

Este trabalho teve por objetivo avaliar o efeito da incorporação de 50% em peso de argilito na microestrutura de uma cerâmica argilosa queimada a 950 e 1050 °C. As amostras foram inicialmente selecionadas e lixadas a 1000 e 1200 grana. A microestrutura das cerâmicas queimadas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia ótica (MO) e difração de raios-X (DRX). Os resultados mostraram que o argilito alterou a microestrutura da cerâmica que acarretou uma melhor performance técnica.

Palavras-chaves: Argilito; Cerâmica vermelha; Microestrutura.

MICROESTRUCTURAL EVALUATION OF CLAYEY CERAMIC INCORPORATED WITH ARGILLITE

Abstract

This work has as its objective to evaluate the effect of the incorporation of 50 wt.% of argillite in the microstructure of a clayey ceramic fired at 950 and 1050 °C. Initially the specimens were selected and sanded to 1000 and 1200 mesh. The microstructure of the firing ceramic was evaluated by scanning electron microscopy (SEM), optical microscopy (MO) and X-ray diffraction (XRD). The results showed that the argillite changed the microstructure of the ceramic, generating a better technical performance.

Key words: Argillite; Red ceramic; Microstructure.

¹ Contribuição técnica ao 64 ° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Doutoranda em Engenharia e Ciência de Materiais. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV. regina@uenf.br.

³ Professor titular. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV. sergio.neves@ig.com.br.

⁴ Professor associado. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV. vieira@uenf.br.

1 INTRODUÇÃO

O pólo cerâmico de Campos dos Goytacazes, norte do Estado do Rio de Janeiro, tem papel importante na economia local produzindo aproximadamente 75 milhões de peças/mês de cerâmica vermelha basicamente voltada para a produção de bloco de vedação.⁽¹⁾ A produção de cerâmicas de maior valor agregado como telhas, pisos rústicos e blocos estruturais, é bem menor em comparação com os blocos de vedação. Uma das razões se deve à característica da matéria-prima disponível na região que possui comportamento refratário durante a etapa de queima que dificulta a obtenção de produtos com absorção de água dentro das especificações técnicas.⁽²⁾

Para resolver este problema devem-se utilizar temperaturas de queima mais elevadas e ainda reformular a composição de massa cerâmica utilizando materiais de baixa perda de massa durante a queima como inertes e fundentes. Alguns estudos recentes reportaram a adição de outros materiais para reduzir a porosidade após queima das massas utilizadas na produção de telhas da região.⁽²⁻³⁾ A utilização de granito em pó, em até 30% em peso, elevou a densidade aparente a seco e reduziu a absorção de água de telhas cerâmicas queimadas a 970°C em forno industrial. Contudo foi verificada uma queda na resistência à flexão atribuída à transformação alotrópica do quartzo que causou microtrincas nas cerâmicas.⁽⁴⁾

Outro estudo⁽⁵⁾ utilizou rocha sedimentar em pó, argilito, para melhorar as propriedades tecnológicas das telhas produzidas na região. Foi observado que a incorporação de 30% de argilito a uma argila caulinítica de Campos dos Goytacazes melhorou significativamente a trabalhabilidade e as propriedades tecnológicas de queima, através da redução da porosidade. Como conseqüência, ocorreu uma redução da absorção de água e aumento da resistência mecânica em comparação com a massa para telhas da região.

Diante deste resultado, o presente trabalho objetivou avaliar a microestrutura destas cerâmicas por meio de difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para realização deste trabalho foram utilizados os seguintes materiais: massa argilosa, empregada para fabricação de cerâmica vermelha, proveniente do município de Campos dos Goytacazes, formada por 70% argila plástica "forte" e por 30% argila menos plástica, "fraca", com maior teor de areia. O outro material foi argilito em forma de pó proveniente da região de Itu – SP, usado para fabricação de cerâmica estrutural.

A Tabela 1 apresenta a composição química das matérias-primas estudadas. A massa industrial e a argila forte apresentam baixos teores de óxidos que atuam como fundentes e elevada perda ao fogo. Já o argilito apresenta maior teor de óxidos fundentes e menor perda ao fogo.⁽⁵⁾ Com relação à composição mineralógica, o argilito é constituído de caulinita, mineral micáceo, hematita, quartzo e microclina. Esta composição mineralógica é bastante similar às argilas.

Tabela 1: Composição química das matérias-primas (% em peso)⁽⁵⁾

| 1 5 | | | | | / | | | | |
|------------------|------------------|-------------|--------------------------------|------------------|------|------|------------------|-------------------|-------|
| | | Composições | | | | | | | |
| Matérias primas | SiO ₂ | Al_2O_3 | Fe ₂ O ₃ | TiO ₂ | CaO | MgO | K ₂ O | Na ₂ O | PF |
| Massa Industrial | 51,58 | 23,37 | 8,72 | 1,22 | 0,34 | 0,89 | 2,06 | 0,59 | 10,85 |
| Argila Forte | 47,91 | 25,45 | 8,97 | 1,28 | 0,29 | 0,81 | 1,87 | 0,45 | 12,60 |
| Argilito | 56,02 | 17,70 | 9,04 | 1,05 | 1,11 | 4,09 | 5,77 | 0,21 | 4,80 |

Neste trabalho foram investigadas duas composições conforme indicado na Tabela 2. A composição MI corresponde a uma massa industrial de telhas do município de Campos dos Goytacazes. Já a composição CARJ-1 corresponde a uma massa elaborada com uma argila de Campos dos Goytacazes, conhecida no jargão cerâmico como "forte" e 50% em peso de argilito, submetido a trituração industrial em moinho de martelos.

Tabela 2: Composições estudadas (% em peso)

| 1 5 | | | |
|--------|--------------|--------------|----------|
| | Argila Forte | Argila fraca | Argilito |
| MI | 70 | 30 | - |
| CARJ-1 | 50 | - | 50 |
| | | | |

Corpos-de-prova retangulares nas dimensões de 108 x 20 x 15 mm foram conformados por extrusão em maromba de laboratório da Verdes com teores variáveis de água de conformação, determinados por meio da consistência das massas. Em seguida, os corpos de prova foram secos a temperatura ambiente por 72 horas e em estufa a 110°C até peso constante. A queima das cerâmicas foi realizada em forno laboratorial nas temperaturas de 950 ℃ e 1.050 ℃, com taxa de aquecimento de 3°C/min e 180 minutos de permanência nas temperaturas de patamar. O resfriamento ocorreu naturalmente desligando-se o forno. As amostras foram selecionadas e lixadas em lixas de grana 1.000 e 1.200 por 15 minutos em cada lixa para obter uma melhor visualização da superfície das cerâmicas. A microestrutura foi avaliada por microscopia ótica (MO) em microscópio MOTIC Agar-Scientific e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio SSX-550 da SHIMADZU, modelo SEDX. A investigação das fases formadas foi realizada por difração de raios-X (DRX) em difratômetro XRD 7000, marca SHIMADZU operando com radiação cobre (Cu-K_a) e 20 variando de 5° a 60°, ambos os equipamentos do Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV/UENF.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os difratogramas de raios-X das cerâmicas **MI** e **CARJ-1**, que representa a composição com teor máximo de argilito incorporado, queimadas nas temperaturas de 950 °C, 1.050 °C. Observa-se nas Figuras 1(a) e (b), cerâmicas queimadas na temperatura de 950 °C, a presença de três fases cristalinas: quartzo, mica e hematita. As duas primeiras fases são ditas residuais, ou seja, provenientes da matéria-prima no seu estado natural. Já a hematita é proveniente da desidratação de hidróxidos de ferro, eventualmente presentes nas argilas de Campos dos Goytacazes.⁽²⁾ Observa-se ainda a presença de feldspatos potássicos que podem ser a sanidina, o ortoclásio e a microclina. Na temperatura de 1.050 °C a fase mulita. A mica desaparece devido à formação de fase líquida, a diminuição da intensidade dos picos de difração do quartzo, indica que se inicia sua dissolução na

fase líquida formada. Já a mulita é uma fase de aluminosilicato proveniente da decomposição da metacaulinita.



Figura 1: Difratogramas de raios-X das cerâmicas queimadas. (a) **MI** a 950 $^{\circ}$ C e (b) **CARJ-1** a 950 $^{\circ}$ C; (c) **MI** a 1050 $^{\circ}$ C e (d) **CARJ-1** a 1050 $^{\circ}$ C. M = mica muscovita; Q = quartzo; Mu = mulita; H = hematita; Fk = feldspato potássico.

A seguir são apresentadas micrografias, obtidas por MO, da superfície dos corpos-de-prova correspondentes às composições **MI** e **CARJ-1** queimadas nas temperaturas de 950 e 1050 °C. Por meio da microscopia ótica foi possível observar com bastante clareza as partículas de quartzo dispersas na matriz de aluminosilicato além da presença de fases ricas em ferro na composição com argilito.

As Figuras 2 e 3 mostram as micrografias obtidas por MO das cerâmicas queimadas à temperatura de 950 °C, **MI** e **CARJ-1**, respectivamente. Observa-se na Figura 2 uma superfície um aspecto ligeiramente mais rugoso do que as cerâmicas apresentadas na Figura 3. Esta rugosidade está associada à baixa consolidação das partículas. Na temperatura de 950 °C os mecanismos de sinterização ainda não foram expressivos o suficiente para eliminar a porosidade provocando um alisamento da superfície da cerâmica característico em temperaturas elevadas. Observa-se na Figura 2 (c), indicada pela seta preta, uma partícula de quartzo com tamanho aproximado de 0,5 mm. É observado também na Figura 2 (b) e (d), círculos brancos, poros na superfície da cerâmica inerente ao processamento cerâmico.

A Figura 3 apresenta uma superfície um pouco mais uniforme com aspecto mais liso do que a Figura 2. Isto ocorre devido à presença de argilito na composição de massa. Embora a temperatura de 950 °C não seja capaz de sinterizar eficientemente a cerâmica, a presença de materiais fundentes e inertes no argilito associada sua baixa perda de massa, contribuíram para um menor nível de porosidade. Possivelmente, a hematita atue como uma fase inerte e inibidora de propagação de trincas. A vantagem da hematita em relação ao quartzo é a ausência de variação volumétrica devido à transformação alotrópica.⁽⁶⁾



Figura 2: Micrografias obtidas por MO da cerâmica MI queimada 950 °C.



Figura 3: Micrografias obtidas por MO da cerâmica CARJ-1 queimada 950 °C.

As Figuras 4 e 5 mostram as micrografias obtidas por MO das cerâmicas **MI** e **CARJ-1** queimadas à temperatura de 1.050 °C, respectivamente. Nesta temperatura é possível observar uma superfície mais compacta com menos rugosidade do que na temperatura de 950 °C. Entretanto, é possível observar na Figura 4 (b), (c) e (d), a presença de defeitos como trincas e poros. Na Figura 4 (d), circulado em branco, nota-se uma falha, ausência de material, com tamanho aproximado de 0,6 mm.

Na Figura 5, nota-se além de poros, indicados por setas, e trincas, circundadas, fases avermelhadas dispersas na matriz. Estas fases possivelmente estão associadas à hematita, fase presente conforme indicado na Figura 1.



Figura 4: Micrografias obtidas por MO da cerâmica MI queimada 1050 °C.



Figura 5: Micrografias obtidas por MO da cerâmica CARJ-1 queimada 1050 °C.

A Figura 6 mostra as micrografias obtidas por MEV da superfície das cerâmicas queimadas, **MI** e **CARJ-1**, nas temperaturas de 950 °C respectivamente, com aumentos de 100x, 200x e 500x. A microscopia eletrônica de varredura permite observar com muito mais clareza que a microscopia ótica a rugosidade das cerâmicas, evidenciando também os defeitos presentes. Um fator comum para ambas as cerâmicas é a presença de partículas de quartzo. O quartzo é um mineral comumente presente nas argilas. Embora o quartzo tenha efeito benéfico para o processamento da cerâmica, geralmente ocorre também um comprometimento da resistência mecânica devido à sua transformação alotrópica ao redor de 573°C.⁽⁶⁾ A variação de volume que ocorre acarreta o aparecimento de defeitos na cerâmica, conforme evidenciado nas micrografias abaixo.



Figura 6: Micrografias obtidas por MEV das cerâmicas MI, (a), (b) e (c) e CARJ-1, (d), (e) e (f), queimadas a $950 \,^{\circ}$ C.

Na Figura 7 são apresentadas as micrografias das cerâmicas **MI** (Figuras 7 a, b e c), e **CARJ-1** (Figuras 7 d, e, e f), queimadas a 1.050 °C respectivamente, com aumentos de 100x, 200x e 500x. Nesta temperatura, embora ainda seja possível notar a presença defeitos microestruturais, a consolidação das partículas é mais evidente (Figura 7 d). Consequentemente, as propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas apresentam uma melhora significativa. Foi observado um aumento de 50% na resistência mecânica da cerâmica **MI** queimada a 1s050°C em comparação com a temperatura de 950°C. Para a cerâmica **CARJ-1** este aumento foi de 107%.⁽⁵⁾



Figura 7: Micrografias obtidas por MEV das cerâmicas MI, (a), (b) e (c) e CARJ-1, (d), (e) e (f), queimadas a $1.050 \,^{\circ}$ C.

4 CONCLUSÕES

Neste trabalho de investigação da microestrutura de uma cerâmica argilosa de Campos dos Goytacazes incorporada com argilito, pode-se concluir que:

> A incorporação de argilito promoveu melhorias na microestrutura das cerâmica argilosa, com diminuição significativa da porosidade, e como conseqüência proporcionado redução na absorção de água.

> Com o aumento da temperatura de queima observou-se uma microestrutura mais compacta e densa e consequentemente menos porosa para ambas as cerâmicas investigadas.

Foi observado que o argilito proporcionou um aumento da hematita nas fases de queima. Isto, além de alterar a coloração da cerâmica pode ter contribuído para melhorar a resistência mecânica da cerâmica.

> De um modo geral foi observado que o argilito melhorou significativamente a microestrutura da cerâmica. Entretanto, a distância que se encontra disponível tal matéria-prima, pode ser um entrave para sua utilização na região de Campos dos Goytacazes. É necessário um estudo de viabilidade econômica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPERJ, processo n. E-26/103.023/2008, ao CNPq, processo n. 306027/2008-9.

REFERÊNCIAS

- 1 RAMOS, I.S., ALVES, M.G., ALEXANDRE, J. Diagnóstico de pólo cerâmico de Campos dos Goytacazes RJ. Cerâmica Industrial, n. 11, v. 1, p. 28, 2006.
- 2 MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F. Influence of firing temperature on the ceramic properties of clays from Campos dos Goytacazes, Brazil. Applied Clay Science. V. 27, p. 229, 2004.
- 3 VIEIRA, C.M.F., SALES, H.F. MONTEIRO, S.N. Efeito da adição de argila fundente ilítica em cerâmica vermelha de argilas cauliníticas. Cerâmica, n. 50, p. 239, 2004.
- 4 VIEIRA, C.M.F., SOARES, T.M. MONTEIRO, S.N. Cerâmica Industrial, n. 9, v. 1, p. 28, 2004.
- 5 VIEIRA, C.M.F., EMILIANO. J.V. Incorporação de rocha sedimentar em pó em massas para telhas cerâmicas: efeitos nas propriedades físicas e mecânicas. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro – SP, 2005. Anais: 49° Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2005. p. 15.
- 6 FACINCANI, E. Tecnologia Cerâmica los Ladrillos, Faenza Editrice Iberica S. L. Editora, Barcelona (1993) p. 263.