



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

ROBERTO DE SOUSA CRUZ JUNIOR

**MASSA ARGILOSA INCORPORADA COM METACULIM PARA
FABRICAÇÃO DE TIJOLOS REFRACTÁRIOS**

Ananindeua, PA
2019

ROBERTO DE SOUSA CRUZ JUNIOR

**MASSA ARGILOSA INCORPORADA COM METACAULIM PARA
FABRICAÇÃO DE TIJOLOS REFRAATÓRIOS**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Faculdade de
Engenharia de Materiais, da
Universidade Federal do Pará, como
requisito para obtenção do
Bacharelado em Engenharia de
Materiais.

Orientadora: Profa. Dra. Verônica
Scarpini Candido

Ananindeua, PA
2019

ROBERTO DE SOUSA CRUZ JUNIOR

**MASSA ARGILOSA INCORPORADA COM METACAUULIM PARA
FABRICAÇÃO DE TIJOLOS REFRAATÁRIOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Engenharia de Materiais,
da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do Bacharelado em
Engenharia de Materiais

Data da Aprovação: ____ / ____ / ____

Conceito: _____

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Verônica Scarpini Candido
Orientadora – UFPA

Prof. Dr. Alisson Clay Rios da Silva
Examinador Interno – UFPA

Me. Miriane Alexandrino Pinheiro
Examinador Externo – UFPA

Ananindeua, PA
2019

Aos meus pais, que sempre
batalharam para que eu
pudesse chegar até aqui.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família e parentes, que sempre acreditaram em mim e me ajudaram para que esse sonho se tornasse realidade.

Agradeço ao meu grupo de trabalho, futuros Engenheiros de Materiais, Diogo Pontes de Queiroz, Edinaldo Gomes Côrrea, Higor Fernando Pina Gomes e Mário Henrique de Moraes.

Agradeço aos meus colegas de trabalho, pela ajuda (eu fui o último a entrar no grupo de pesquisa).

Agradeço aos demais colegas de curso, que ao longo desses cinco anos compartilhamos momentos bons e momentos de perrengue.

Agradeço aos amigos que fiz durante essa jornada, que contribuíram direta ou indiretamente para que essa etapa final acontecesse.

Agradeço à Engenheira Química e doutoranda Alice dos Prazeres Pinheiros, por todo seu tempo me doado, paciência e ajuda.

Agradeço ao Professor Doutor Deibson Silva da Costa por todas as conversas descontraídas e construtivas e por sempre estar preocupado com o melhor para seus alunos.

Agradeço ao Professor Edemarino Araujo Hildebrando por todos os seus ensinamentos, que contribuiu para nossa formação de Engenheiros de Materiais.

Agradeço aos demais professores, pelos ensinamentos e vontade de tornar as coisas melhores para nosso curso.

Agradeço a mestrande Miriane Alexandrino Pinheiro por toda sua ajuda e tempo doado nessa reta final.

Agradeço a minha orientadora Professora Doutora Verônica Scarpini Candido, pela paciência, ensinamentos e persistência para que mais essa etapa se finalizasse.

RESUMO

O presente trabalho avaliou o efeito da incorporação de metacaulim à uma massa argilosa composta por dois tipos de argilas, uma argila forte e uma argila fraca, visando a produção de tijolos refratários. Primeiramente, foi feita a desagregação e a homogeneização das matérias-primas. Posteriormente foi realizado a caracterização dos materiais, mineralógica por Difração de Raios-X (DRX), química por Fluorescência de Raios-X (FRX) e Espectroscopia de Infravermelho por Transformadas de Fourier (FTIR) e análises de Termogravimetria (TG) e Termogravimetria Derivada (DTG). Em seguida, foram misturadas três formulações cerâmicas, massa argilosa sem adição de metacaulim, massa argilosa com 5% de metacaulim e massa argilosa com 10% de metacaulim. Posteriormente, foram confeccionados 42 corpos de prova (CP's) por prensagem uniaxial à 20 MPa. Ademais, os CP's foram queimados nas temperaturas de 950 °C e 1050 °C com patamar de queima de 2 horas. Após o processo de queima, foram determinadas a massa específica aparente, absorção de água (AA) e tensão de ruptura à flexão (TRF) das peças queimadas. A formulação com adição de 10% em peso de metacaulim queimada na temperatura de 1050 °C apresentou resultados promissores, com TRF de 9,37 MPa.

Palavras-chave: Metacaulim. Argila. Tijolos Refratários.

ABSTRACT

The present work evaluated the effect of metakaolin incorporation in a clay mass composed of two types of clay, a “strong” clay and a “weak” clay, aiming at the production of refractory bricks. Firstly, the raw materials were disaggregated and homogenized. Subsequently, the materials were characterized mineralogical by X-Ray Diffraction (XRD), chemistry by X-Ray Fluorescence (XRF) also Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Thermogravimetry (TG) also Thermogravimetry Derivative (DTG) by thermal analysis. After that, were mixed three ceramic formulations, clayey mass without the addition of metakaolin, clayey mass with 5% of metakaolin and clayey mass with 10% of metakaolin. Subsequently, 42 specimens (SM's) were made by uniaxial pressing at 20 MPa. Moreover, the SM's were burned at temperatures of 950 °C and 1050 °C with a 2 hour burning landing. After the firing process, the apparent specific mass, water absorption (WA) and flexural rupture stress (FRS) of the burnt pieces were determined. The formulation with the addition of 10% by weight of metakaolin burned at a temperature of 1050 °C showed promising results, with FRS of 9.37 MPa.

Keywords: Metakaolin. Clay. Refractory Bricks.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Matérias-primas utilizadas. A – argila fraca, B – argila forte, C - metacaulim	22
Figura 2 – Fluxograma dos procedimentos experimentais.....	23
Figura 3 – Difrátômetro de Raios-X.....	24
Figura 4 – Espectrofotômetro de fluorescência de raios-x.....	25
Figura 5 – Analisador térmico simultâneo	26
Figura 6 - Prensa.....	28
Figura 7 - Corpos de prova confeccionados	28
Figura 8 - Estufa	29
Figura 9 - Forno utilizado para a queima dos CP's.....	30
Figura 10 – Máquina de ensaios universal	32
Figura 11 – Difrátograma de raios-x da argila forte. C – caulinita, Q – quartzo, Gi – gibsita, M – mica muscovita, Es – esmectita.....	34
Figura 12 – Difrátograma de raios-x da argila fraca. C – caulinita, Q – quartzo, Gi – gibsita, M – mica muscovita, Es – esmectita.....	35
Figura 13 – Difrátograma de raios-x do metacaulim. Si – quartzo, M – mica, Al - alumohidrocalcita	36
Figura 14 – FTIR do metacaulim	38
Figura 15 – Curvas TG/DTG da argila forte	39
Figura 16 – Curvas TG/DTG da argila fraca.....	40
Figura 17 – Ciclo de queima	41
Figura 18 – Corpos de prova queimados.....	42
Figura 19 – Massa específica aparente das composições.....	43
Figura 20 – Absorção de água das composições.....	44
Figura 21 – Tensão de ruptura à flexão das composições	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Formulações e suas porcentagens em peso de cada material.....	25
Tabela 2 – IP, LL e LP das argilas.....	32
Tabela 3 – FRX dos materiais.....	38

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	Justificativa	13
1.2	Objetivos geral e específicos	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	MATERIAIS CERÂMICOS	15
2.1.1	Argilas	15
2.1.2	Constituição das argilas	16
2.1.3	Argila forte e argila fraca.....	16
2.2	Caulim	17
2.2.1	Metacaulim	18
2.3	Sinterização	18
2.4	Materiais refratários	18
2.4.1	Corrosão em materiais refratários.....	20
3	MATERIAIS E MÉTODOS	22
3.1	Beneficiamento das matérias-primas	23
3.2	Caracterização mineralógica	23
3.3	Caracterização química	24
3.3.1	Por Fluorescência de Raios-X (FRX).....	24
3.3.2	Por Espectroscopia de Infravermelho por Transformadas de Fourier (FTIR).....	25
3.4	Caracterização térmica das argilas	25
3.5	Caracterização física das argilas	26
3.6	Formulações cerâmicas	27
3.7	Confecção dos corpos de prova	27
3.8	Secagem dos corpos de prova	29
3.9	Queima dos corpos de prova	29
3.10	Ciclo de queima	30
3.11	Determinação das propriedades físicas e tecnológicas	31
3.11.1	Massa específica aparente	31
3.11.2	Absorção de água (AA)	31
3.11.3	Determinação da resistência em flexão	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	34

4.1	Caracterização das matérias-primas	34
4.1.1	Difração de raios-X dos materiais	34
4.1.2	Fluorescência de raios-X das argilas e do metacaulim (FRX)	36
4.1.3	Espectroscopia de Infravermelhos com Transformadas de Fourier (FTIR) do metacaulim.....	38
4.1.4	Termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG) das argilas.....	39
4.1.5	Plasticidade das argilas	40
4.2	Ciclo de queima.....	41
4.3	Massa específica aparente.....	42
4.4	Ensaio para determinação das propriedades tecnológicas.....	44
4.4.1	Absorção de água.....	44
4.4.2	Resistência em flexão	45
5	CONCLUSÕES.....	47
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	48
	REFERÊNCIAS.....	47

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos abrangem desde a base da construção civil, na forma de cerâmica vermelha, até aplicações de altíssima tecnologia, como na indústria aeroespacial, na forma de cerâmica avançada.

A indústria cerâmica contribui em cerca de 1% no PIB do Brasil, sendo que 40% dessa participação é devido ao setor de cerâmica vermelha. Esse setor consome cerca de 70 milhões de toneladas de matérias-primas por ano, com 12 mil empresas no país, gerando centenas de milhares de empregos (MACEDO *et al.*, 2008).

As cerâmicas são uns dos materiais mais tradicionais utilizados na indústria de construção civil brasileira. A cerâmica estrutural, também chamada de cerâmica vermelha, pode ser considerada um dos pilares da construção civil, desde a mais simples até à mais complexa. Este setor industrial é um grande gerador de renda e empregos do mercado brasileiro e seus principais produtos são: tijolos furados, tijolos maciços, componentes de lajes, blocos de vedação e estruturais, telhas, manilhas e pisos rústicos (PÉREZ *et al.*, 2010).

No nordeste do Pará, a região do Rio Capim é caracterizada pelas suas reservas de caulim e sua utilização para cobertura de papel. Essa é a maior região ceramista do estado. O caulim macio (soft) está localizado a cerca de 20 m de profundidade, é o principal nível desse minério e é recoberto por caulim duro (flint), considerado mais onerosa a sua extração (CARNEIRO *et al.*, 2003). O caulim flint possui granulometria muito fina, em que 75% das partículas é menor que 2 μm , em relação ao seu aspecto, ele é mosqueado e têm coloração variando de branco a amarelo, ou vermelho, dependendo do grau de impregnação dos hidróxidos e óxidos de ferro e titânio (CRISCUOLO, 2008). Por outro lado, o caulim soft, têm mais alvura e possui uma granulometria fina e com quantidade de partículas grossas (quartzo) maior que no caulim flint (FILHO, 2010).

Dentre os diversos setores industriais, destaca-se o siderúrgico como o principal consumidor de materiais refratários e um aspecto importante para a melhora da qualidade do refratário, é o projeto da sua microestrutura (FERRARI; RODRIGUES, 2000).

O setor industrial de fundição de peças em ferro, aço e ligas não ferrosas faz parte de um segmento econômico brasileiro gerador de 42 mil empregos, e de um faturamento de 2,5 bilhões de dólares por ano, distribuído em aproximadamente mil

empresas pelo país, a maior parcela delas, é de pequeno e médio porte, predominando a utilização de capital nacional (SERPA, 2007).

Nessa conjuntura, um estudo prévio com o objetivo de determinar as formulações cerâmicas ideais entre metacaulim e argilas é muito importante, pois possibilita uma economia de matéria-prima e de energia, fatores essenciais no planejamento de indústrias que atuam no setor de fabricação de tijolos refratários. Dessa maneira, o presente trabalho tem por objetivo estudar a incorporação de metacaulim em massa argilosa para fabricação de tijolos refratários.

1.1 Justificativa

O estudo da incorporação de metacaulim à uma massa argilosa justifica-se porque o conhecimento da composição química e mineralógica é de grande importância para a produção de peças cerâmicas, assim como, a sua resistência mecânica e à corrosão, visando sua utilização no setor industrial.

No Pará, há uma significativa produção siderúrgica, o que acarreta em elevada demanda por tijolos refratários. Tais materiais, são utilizados no revestimento dos fornos e panelas para a produção do aço. Ademais, sabe-se que o Estado tem uma expressiva produção cerâmica, porém, normalmente, os seus produtos cerâmicos são para fins estruturais. Desse modo, materiais refratários são adquiridos de fora do Estado, ou ainda, fabricados sem estudos prévios, sem a determinação das propriedades específicas para a aplicação desse tipo de material.

Portanto, o presente trabalho justifica-se, a medida que, irá proporcionar uma diversificação da produção cerâmica paraense, gerando produtos de maior valor agregado, além do metacaulim aumentar a refratariedade dos tijolos refratários. Ademais, o presente trabalho oferece um projeto para fabricação de tijolos refratários, com as propriedades tecnológicas determinadas e adequadas para esse tipo de cerâmica. Objetivando, melhorar a qualidade do material refratário, assim como os produtos produzidos sob a sua utilização. Além de, diminuir custos decorrentes de fatores de produção, tanto de manutenção e de fabricação do refratário e também de energia, assim, aumentando a produção de aço e de produtos cerâmicos da indústria paraense, a incentivando esse o crescimento desses setores industriais.

1.2 Objetivos geral e específicos

O objetivo geral do presente trabalho consiste em estudar a formulação mássica ideal, partindo de uma mistura de matérias-primas, dois tipos de argilas e metacaulim, para o desenvolvimento de tijolos refratários, além de determinar as propriedades tecnológicas e físicas das peças queimadas.

Os objetivos específicos atêm-se em:

- Estudar a formulação mássica para a fabricação de tijolos refratários, a partir da mistura entre uma argila forte e uma argila fraca e metacaulim.
- Realizar a caracterização química, física, térmica e mineralógica das matérias-primas.
- Estudar a composição mássica e preparar massas cerâmicas com adição individual de 5 e 10% em peso de metacaulim a uma massa argilosa composta por uma argila forte e uma argila fraca.
- Realizar a queima dos corpos de prova nas temperaturas de 950 e 1050 °C.
- Estudar o ciclo de queima à 950 °C.
- Determinar a massa específica aparente, o índice de absorção de água e a tensão de ruptura em flexão.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais cerâmicos

Os materiais cerâmicos são compostos por elementos metálicos e não metálicos e abrangem diversos produtos, quais sejam: vidro, tijolos, pedras, concretos, abrasivos, vidrados para porcelana, isolantes dielétricos, materiais magnéticos não metálicos, refratários para altas temperaturas e várias outros. O composto MgO é um exemplo típico de material cerâmico, da classe das cerâmicas refratárias, pois suporta temperaturas extremas (1650 a 2500 °C) sem se dissociar ou fundir. Por outro lado, a argila também é um ótimo exemplo, geralmente, utilizado em cerâmica estrutural, a argila mais simples é composta principalmente por: $Al_2Si_2O_5(OH)_4$. A maior parcela dos materiais cerâmicos é cristalina, têm ponto de fusão, geralmente, superior à dos materiais metálicos e poliméricos, além de serem mais duros e resistentes à alteração química, são usualmente isolantes (VAN VLACK, 2000).

Apesar de os materiais cerâmicos possuírem boas propriedades mecânicas em relação à outros materiais, um dos principais obstáculos em relação à algumas aplicações é que esses materiais são frágeis, ou seja, não apresentam deformação plástica apreciável e não possuem boa resistência ao impacto, isto é, essa classe de materiais têm baixa tenacidade. Ademais, é comum encontrar grandes variações da resistência à fratura entre peças cerâmicas de um mesmo lote, até mesmo que a resistência máxima seja o dobro da mínima. Além disso, os cerâmicos sofrem o fenômeno de fadiga estática, que consiste na diminuição da resistência à fratura com o tempo sob aplicação de carga. Por outro lado, as cerâmicas possuem alta resistência à abrasão, à inércia química e à altas temperaturas (refratariedade) fazem com que os materiais cerâmicos sejam boas opções para aplicações futurísticas, a exemplo de motores cerâmicos, implantes ortopédicos e ferramentas de corte (ZANOTTO e MIGLIORE JR., 1991).

2.1.1 Argilas

Santos (1989) conceitua que a argila é um material natural, terroso, de granulação fina (inferior a 5 μ m), que geralmente adquire, quando umedecido com água, certa plasticidade; a constituição química das argilas é formada basicamente por

silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio. Outra definição é que o termo “argila” consiste em um grupo de partículas do solo com uma faixa específica de granulometria.

Santos (1989) complementa que as argilas possuem uma variedade de aplicações, desde de prospecções geológicas, agricultura, mecânica dos solos, até os diversos setores industriais, por exemplo, o metalúrgico, de petróleo, de borracha, de papel e de cerâmica.

Coelho e Santos (2007) fundamentam que argila é um tipo de rocha formada fundamentalmente por um grupo de minerais, denominados argilominerais.

Os autores acima complementam que argilominerais são constituídos por silicatos de alumínio, ferro e magnésio hidratados, com estruturas cristalinas em camadas, ou seja, são filossilicatos, tais camadas são formadas por folhas contínuas de tetraedros SiO_4 , ordenados de forma hexagonal, condensados com folhas octaédricas de hidróxidos de metais tri e divalentes; a maioria dos argilominerais são constituídos essencialmente por partículas (cristais) com dimensões, normalmente, menor que $2 \mu\text{m}$. Outras denominações para os argilominerais são: “silicatos em camadas” (“*layer silicates*”) e “filossilicatos”.

2.1.2 Constituição das argilas

Pelo ponto de vista da físico-química, as argilas são constituídas, geralmente, por argilominerais cristalinos. Por outro lado, quimicamente, são silicatos hidratados, cátions comuns são: alumínio, magnésio, ferro, cálcio, potássio e outros. Esses argilominerais estão organizados em lamelas de tetraedros de SiO_4 e octaedros de $\text{Al}(\text{OH})_6$ (CANDIDO, 2012).

2.1.3 Argila forte e argila fraca

Essas argilas são denominadas forte ou fraca, pois apresentam diferentes características e propriedades. As argilas mais arenosas são as chamadas argilas fracas. Conseqüentemente, as argilas menos arenosas são as argilas fortes. Outro aspecto observado é a aparência, as argilas fracas possuem uma coloração amarelada, por outro lado, as argilas fortes possuem coloração amarela-acizentada, cinza ou preta. Além

disso a argila forte possui maior teor de argilomineral do tipo caulinita em relação à argila fraca (PEÇANHA; MONTEIRO; VIEIRA, 2005).

2.2 Caulim

Segundo da Luz e colaboradores (2003) o caulim é um tipo de argila, normalmente, com coloração branca, constituído por um mineral de granulometria extremamente fina, a caulinita, que possui fórmula química: $Al_4Si_4O_8(OH)_8$. Os tipos de caulim variam de acordo com suas características físicas, tais quais: alvura, grau de cristalização, opacidade, viscosidade, forma das partículas, entre outras.

Ramalho e colaboradores (2005) fundamentam que o caulim consiste em uma argila constituída principalmente por caulinita e/ou haloisita, com queima branca ou clara em cerca de 1250 °C. Dois tipos de caulim são geralmente considerados para aplicações tecnológicas: os residuais e os sedimentares. Sabe-se que esses materiais, além do seu argilomineral constituinte, possui juntamente alguns minerais acessórios, tais quais: o quartzo, as micas e os minerais ferrosos.

O caulim como minério ou “mineral industrial” tem várias aplicações devido à diversas propriedades, como a sua coloração, após a queima, além disso, baixa granulometria natural, pouca abrasividade, estabilidade térmica, forma específica das partículas do argilomineral constituinte, e ainda, suas propriedades reológicas específicas, adequadas em diferentes meios fluidos (RAMALHO *et al.*, 2005).

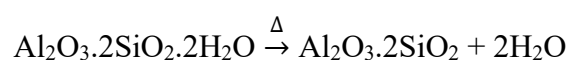
No setor da construção civil, o resíduo de caulim está sendo utilizado na fabricação de materiais alternativos, com custo reduzido comparado aos materiais convencionais (MENDONÇA, 2017).

Essa argila é utilizada em diversos ramos industriais, principalmente o de papel, cerca de 45%, dividido em 33% para cobertura e 12% para enchimento. Além de outros usos, cerâmica branca, fibra de vidro, plásticos, tintas, borrachas, catalisadores para craqueamento de petróleo, concreto de alto desempenho, refratários, entre outros (FARIAS, 2009).

Os principais estados brasileiros produtores de caulim são: Pará e Amapá, com 70% da produção da argila, e o restante está dividido entre os Estados de São Paulo, Espírito Santo, Santa Catarina, Minas Gerais, Bahia, Paraná e Rio Grande do Sul (DA SILVA; VIDAL; PEREIRA, 2001; FARIAS, 2009).

2.2.1 Metacaulim

O metacaulim é um material amorfo, ou seja, de estrutura cristalina desordenada, obtido através da calcinação entre 600 e 850 °C, a partir de argilas caulínitas e caulins. Essas matérias-primas são compostas basicamente por silicato de alumínio hidratado, que perdem água da sua estrutura cristalina com o processo térmico, transformando em metacaulinita, composto instável e reativo constituído essencialmente por partículas lamelares com estrutura predominantemente não cristalina e com elevada finura (MEDINA, 2011), conforme a reação química abaixo:



2.3 Sinterização

A aplicação de calor após o processo de prensagem de pós tem a função de aumentar a ligação entre as partículas. Este processo abaixo do ponto de fusão do material é conhecido como sinterização.

A força motriz desse processo térmico é o decréscimo da energia superficial livre do conjunto de partículas, através da diminuição da superfície total do sistema. O resultado desse processo, é a eliminação do espaço vazio existente entre as partículas, produzindo um material rígido e completa ou parcialmente denso (DE BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

2.4 Materiais refratários

Em relação aos materiais metálicos refratários, esses são ligas não-ferrosas e incluem molibdênio, nióbio, rênio, tântalo e tungstênio. Esses materiais são, ainda mais que as superligas, especialmente resistentes a altas temperaturas. Porém, eles reagem facilmente com oxigênio, exigindo que trabalhos em temperaturas extremas sejam realizados em atmosfera controlada ou com revestimentos protetores (SHAKELFORD, 2012).

Os refratários mais comuns são de materiais cerâmicos, os quais, são resistentes à altas temperaturas e são utilizadas em diversas aplicações como fundição

de metal, portanto, refratários são materiais estruturais resistentes à alta temperatura, os quais desempenham papel fundamental na indústria (por exemplo, no processo de fabricação do aço). Em torno de 40% dos refratários produzidos, consiste de silicatos baseados em argila. Os refratários mais eficientes possuem valores mais baixos de expansão térmica e condutividade térmica (SHACKELFORD, 2012).

Comparando-se classes diferentes de materiais, o alumínio (Al) é um metal comum, porém o óxido de alumínio (Al_2O_3) é uma cerâmica refratária. O óxido de alumínio possui duas vantagens principais em relação ao alumínio. A primeira vantagem é que Al_2O_3 é quimicamente estável em diversos ambientes extremos, enquanto o alumínio metálico seria oxidado. Na realidade, um produto de reação típico na degradação química do alumínio é o óxido, que é quimicamente estável. A segunda é que o cerâmico Al_2O_3 tem um ponto de fusão consideravelmente mais alto, em torno de 2020 °C em relação ao Al metálico, cerca de 660 °C, desse modo, sendo aplicado tradicionalmente como um refratário, em outras palavras, um material resistente à altas temperaturas e largamente utilizado na construção de fornos industriais (SHACKELFORD, 2012).

As cerâmicas refratárias são uma classe de materiais que suportam elevadas temperaturas por longos períodos sem perda significativa das suas propriedades originais. Por esse motivo, esse tipo de cerâmica, é utilizada em componentes de diversos ramos industriais, que necessitam de processos térmicos extremos, principalmente nos setores metalúrgicos (SAKO; PANDOLFELLI, 2014).

Callister e Rethwisch (2012) fundamentam que uma classe importante das cerâmicas e muito utilizada é a das cerâmicas refratárias. As propriedades mais interessantes desses materiais abrangem a habilidade de resistir a temperaturas extremas sem se decompor ou fundir, e ainda a sua capacidade de permanecer inertes e não reativos quando expostos em ambientes severos. Ademais, a capacidade de proporcionar isolamento térmico, é comumente, uma propriedade importante. Os refratários são comercializados de diversas formas, porém, a mais popular é na forma de tijolos refratários. Algumas aplicações típicas envolvem revestimentos de fornos para geração de energia, fabricação de vidros, beneficiamento de metais e tratamentos térmicos metalúrgicos.

Os mesmos autores complementam que para diversos materiais comerciais, as matérias-primas abrangem tanto partículas grandes (ou chamotes) como em partículas finas, sendo que a composição de cada pode variar. No processo de queima, as

partículas finas ficam geralmente envolvidas em uma fase de ligação, que é o principal fator para a resistência do tijolo, essa fase pode ser tanto vítrea quanto cristalina. A temperatura dessa queima, ou seja, a temperatura de queima da peça refratária, precisa ser maior que a temperatura de serviço. Além disso, o controle da porosidade é uma variável microestrutural importante para que se produza um tijolo refratário adequado, pois a redução da porosidade, aumenta a capacidade de suportar carga e a resistência à corrosão. Por outro lado, o isolamento térmico e a resistência a choques térmicos diminuem. Claramente, a porosidade ótima depende das condições de serviço.

Callister e Rethwisch (2012) classificam os materiais refratários partindo do desempenho de uma cerâmica refratária, que depende principalmente da composição química, a partir disso que se origina a classificação das cerâmicas refratárias, quais sejam: argila refratária, de sílica, básica e refratários especiais.

2.4.1 Corrosão em materiais refratários

A corrosão química é, geralmente, a principal causa da degradação dos refratários e, provavelmente, a variável mais difícil de ser controlada. Porém, outros fatores também contribuem para a destruição desses materiais, originando tensões no revestimento. Tais fatores, podem ser de origem térmica ou de origem mecânica. Em relação aos de origem térmica, pode-se citar: o gradiente térmico, a dilatação térmica, a termoclase e a fluência. Os de origem mecânica são causadoras de tensões, e esses fatores mecânicos podem ser: abrasão, erosão, esforço de compressão, de tração, de flexão, que acontecem através do contato direto de metais fundidos, ou pelo transporte de painéis, por exemplo, para o aquecimento ou o lingotamento do aço (BRAGANÇA, 2012).

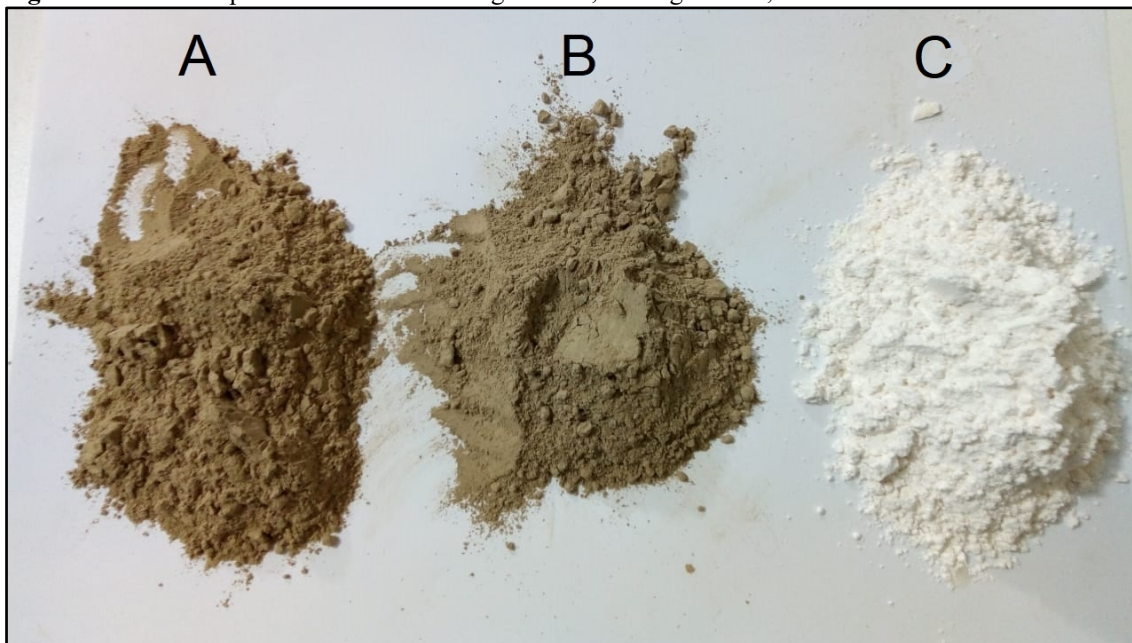
Em relação à corrosão nos refratários por escórias fundidas nos processos siderúrgicos, além de diminuir a vida útil da cerâmica refratária, ainda pode causar imperfeições no metal processado, como inclusões óxidas ou não metálicas. Estas inclusões podem causar diversos problemas na superfície do metal processado, podendo surgir ponto de iniciação para o processo de fadiga com o metal já sendo utilizado. Com relação à diminuição do tempo de vida útil desses refratários, a reação do refratário com a escória é sempre prejudicial, portanto, é necessário, o desenvolvimento de refratários especialmente projetados para possuir uma melhor resistência à corrosão (LUZ; RIBEIRO; PANDOLFELLI, 2008).

O processo em si de contato da escória com o refratário acontece da seguinte maneira: ocorre o molhamento inicial, seguido pela penetração da escória na microestrutura da cerâmica refratária, posteriormente ocorre a reação entre a escória e o refratário e por último, a incorporação do refratário pela escória (LUZ; RIBEIRO; PANDOLFELLI, 2008).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados dois tipos de argila, uma argila forte e uma argila fraca, e metacaulim, conforme a Figura 1.

Figura 1 – Matérias-primas utilizadas. A – argila fraca, B – argila forte, C - metacaulim

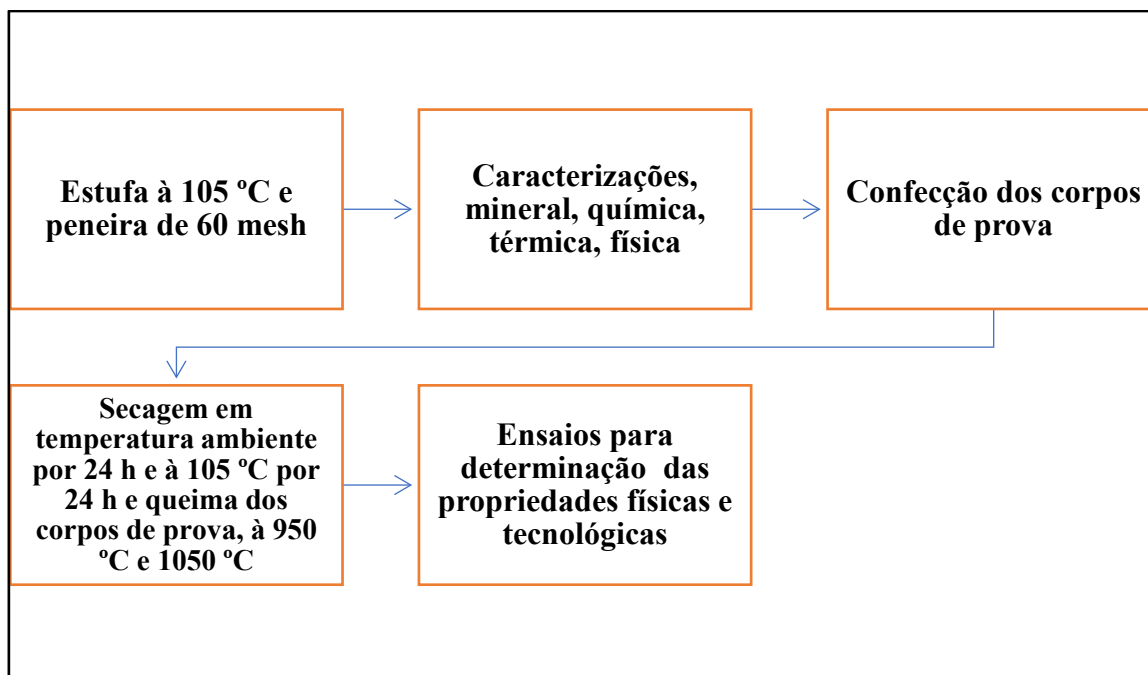


Fonte: autor

As argilas foram obtidas de uma indústria cerâmica do município de São Miguel do Guamá, estado do Pará. O metacaulim foi obtido de uma indústria de beneficiamento de caulim do município de Barcarena, estado do Pará.

A Figura 2 apresenta de forma sucinta os procedimentos experimentais do presente trabalho.

Figura 2 – Fluxograma dos procedimentos experimentais



Fonte: autor

3.1 Beneficiamento das matérias-primas

À princípio, ocorreu a secagem da matéria-prima à 105 °C em estufa da marca Medicate e modelo MD 1.3. Em seguida, houve a etapa de desagregação das argilas, para tanto, encaminhou-se para a Usina de Materiais (USIMAT) do Laboratório da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal do Pará – UFPA, para a utilização do moinho de bolas durante 30 minutos. Finalmente, realizou-se o peneiramento em peneira com abertura de malha de 60 mesh para uniformização do tamanho das partículas para posterior etapa de confecção dos corpos de prova.

3.2 Caracterização mineralógica

A análise das fases minerais das matérias-primas foi feita no Laboratório de Geociências da UFPA, através da técnica de difração de raios-X (DRX) com amostras na forma de pó compacto, por um difratômetro da marca *PANalytical*, modelo *EMPYREAN*, conforme a Figura 3, atuando a 30 KV e 10 mA, com comprimento de onda de $\lambda_{CuK\alpha} = 1,5406 \text{ \AA}$ e varredura de 2θ variando de 0 a 60° e com taxa de 8°/min.

Figura 3 – Difratorômetro de Raios-X



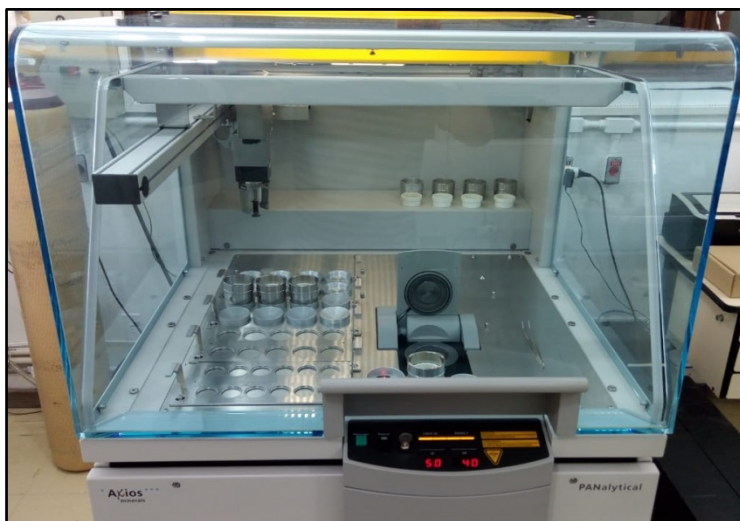
Fonte: autor

3.3 Caracterização química

3.3.1 Por Fluorescência de Raios-X (FRX)

A análise da composição química presente nas matérias-primas foi realizada através de uma análise quantitativa em espectrofotômetro de fluorescência de raios-X (FRX), da *Panalytical*, modelo *Axios Minerals*, mostrado na Figura 4, no Laboratório de Geociências da UFPA.

Figura 4 – Espectrofotômetro de fluorescência de raios-x



Fonte: autor

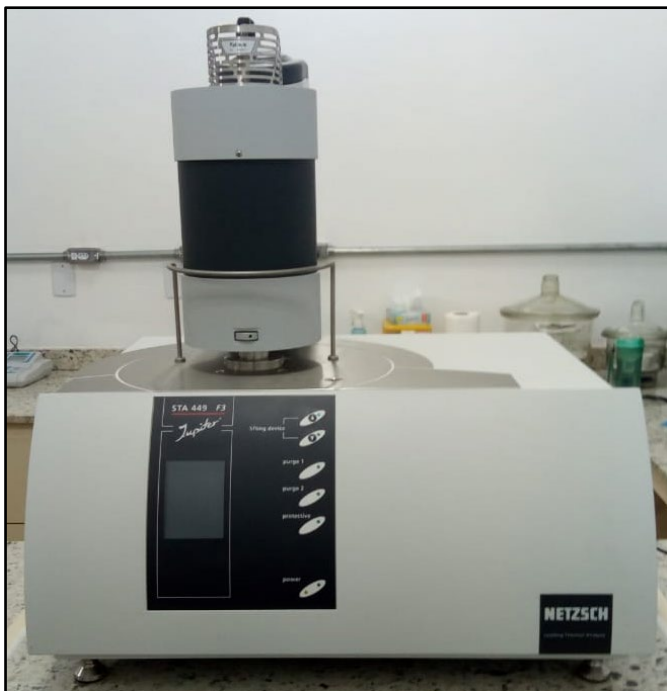
3.3.2 Por Espectroscopia de Infravermelho por Transformadas de Fourier (FTIR)

Essa análise de espectroscopia do infravermelho feita no metacaulim, foi realizada através de equipamento Perkin-Elmer, FTIR-1760 X, com registros da faixa espectral de 4000 a 400 cm^{-1} e medições a cada 4 cm^{-1} , no Laboratório de Mineralogia Aplicada do Centro de Geociências da UFPA.

3.4 Caracterização térmica das argilas

Quanto ao comportamento térmico das argilas, a termogravimetria (TG) e a termogravimetria derivada (DTG) foram feitas no Instituto de Geociências da UFPA utilizando o analisador térmico simultâneo, modelo STA 449 F3, da *Netzsch*, mostrado na Figura 5, operando com taxa de aquecimento de 10 °C/min .

Figura 5 – Analisador térmico simultâneo



Fonte: autor

3.5 Caracterização física das argilas

O ensaio de plasticidade foi realizado na Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, em que foi avaliada a plasticidade das argilas forte e fraca. Isto foi feito, através da determinação dos limites de Atterberg seguindo as diretrizes das normas ABNT NBR-7180 (ABNT, 1984a) e ABNT NBR-6459 (ABNT, 1984b). O índice de plasticidade de Atterberg é calculado pela Equação (1):

$$IP = LL - LP \quad (1)$$

Onde:

IP – índice de plasticidade

LL – limite de liquidez

LP – limite de plasticidade

3.6 Formulações cerâmicas

Após a etapa de beneficiamento das matérias-primas, as argilas e o metacaulim foram homogeneizados em um moinho de bolas por 15 min para cada formulação, nas devidas proporções. A Tabela 1, ilustra essas composições cerâmicas em estudo.

Tabela 1 - Formulações e suas porcentagens em peso de cada material

Matérias-primas	Porcentagem em peso (%)		
	F0%	F5%	F10%
Argila forte	50	47,5	45
Argila fraca	50	47,5	45
Metacaulim	0	5	10
Quantidade de CP's	14	14	14

Fonte: autor

As três formulações foram elaboradas com o intuito de avaliar a influência da adição de caulim em uma massa argilosa composta de uma mistura de duas argilas, argila forte ou plástica com a argila fraca ou não-plástica nas propriedades físicas e tecnológicas analisadas neste trabalho.

3.7 Confeção dos corpos de prova

Posterior às etapas de beneficiamento e de homogeneização, os corpos de prova foram produzidos a partir de pós, com adição de 8% em peso de água, por prensagem uniaxial com carga de 20 MPa, conforme a Figura 6, em matriz de aço prismática de dimensões 10,0 x 5,0 x 1,0 cm. A Figura 7 ilustra o resultado desse processo.

Figura 6 - Prensa

Fonte: autor

Figura 7 - Corpos de prova confeccionados

Fonte: autor

3.8 Secagem dos corpos de prova

Após a fabricação, os CP's foram secos em temperatura ambiente durante 24 h e em estufa, marca Medicate e modelo MD 1.3, mostrada na Figura 8, à 105 °C por mais 24 h, para retirada da água da etapa de conformação, evitando trincas na posterior etapa de queima dos corpos de prova.

Figura 8 - Estufa



Fonte: autor

3.9 Queima dos corpos de prova

A queima dos CP's ocorreu em forno de laboratório da marca BRASIMET, conforme a Figura 9, no Laboratório de Fundição do Instituto Federal do Pará, IFPA. Sendo que 7 CP's de cada formulação na temperatura de 950 °C e 7 CP's de cada formulação à 1050 °C, com patamar de queima de 2 horas, concluindo a etapa de queima dos 42 CP's.

Figura 9 - Forno utilizado para a queima dos CP's



Fonte: autor

3.10 Ciclo de queima

O ciclo de queima foi obtido através da coleta de dados do mostrador do forno em intervalos de 50° C de temperatura, anotando também o tempo relacionado. O qual se inicia com o aquecimento em um período de 5 horas e meia dos corpos de prova, até a temperatura desejada, nesse caso, temperatura de 950 °C permanecendo durante 2 horas nesse patamar de queima. A taxa de aquecimento foi obtida através da Equação (2):

$$\dot{q} = \frac{\Delta T}{t} \quad (2)$$

Onde:

\dot{q} – taxa de aquecimento (°C/min)

ΔT – variação de temperatura (°C)

t – tempo (min)

3.11 Determinação das propriedades físicas e tecnológicas

Após a etapa de queima das peças cerâmicas, foi realizada a determinação das propriedades físicas e tecnológicas.

3.11.1 Massa específica aparente

A massa específica aparente das peças queimadas foi determinada pelo método dimensional segundo a norma ASTM C 373-72 (1997). Em que as medidas de comprimento, largura e espessura foram aferidas com o auxílio de um paquímetro digital da marca Lorben com precisão de 0,01 mm. As massas foram determinadas por uma balança digital da marca Eletronic Compact Scale, modelo SF-400C. Com posse desses dados, a massa específica aparente foi calculada pela Equação (3):

$$\rho_{ap} = \frac{m}{V} \quad (3)$$

Onde:

ρ_{ap} – massa específica aparente (g/cm³)

m – massa (g)

V – volume específico (cm³)

3.11.2 Absorção de água (AA)

O ensaio e a obtenção da absorção de água, seguiu as diretrizes da norma ABNT NBR 6458. Aferiu-se o peso dos corpos de prova queimados, obtendo-se o peso seco. Posterior a isso, ferveu-se os CP's durante 2 horas com o auxílio de uma bandeja e de um fogão, em que ao final desse período, retirou-se o excesso de água com o auxílio de um papel toalha e aferiu-se novamente o peso, resultando no peso úmido do corpos de prova. Para obtenção do valor numérico da absorção de água, utilizou-se a Equação (4):

$$AA = \frac{P_U - P_S}{P_S} \times 100 \quad (4)$$

Onde:

AA – Absorção de água (%)

P_U – Peso úmido (g)

P_S – Peso seco (g)

3.11.3 Determinação da resistência em flexão

A resistência mecânica das peças cerâmicas foi avaliada por meio do ensaio de ruptura à flexão em três pontos, em uma máquina de ensaios universal, da marca EMIC, modelo DL 500, mostrada na Figura 10, no Laboratório de Ecocompósitos da Faculdade de Engenharia Mecânica, UFPA, obedecendo as diretrizes da norma ABNT NBR 13818. A programação para ser executado o ensaio foi com a velocidade de 2 mm/min e a distância entre os apoios foi estabelecida em 80 mm.

Os corpos de prova foram flexionados até a fratura, utilizando uma técnica em que se aplica cargas em três pontos. Para se calcular a tensão de ruptura à flexão em três pontos, utiliza-se a Equação (5).

Figura 10 – Máquina de ensaios universal



Fonte: autor

$$TRF = \frac{3FL}{2bd^2} \quad (5)$$

Onde:

TRF – tensão de ruptura à flexão (MPa)

F – carga na fratura (N)

L – distância entre os pontos de apoio (mm)

b – largura do corpo de prova (mm)

d – espessura do corpo de prova (mm)

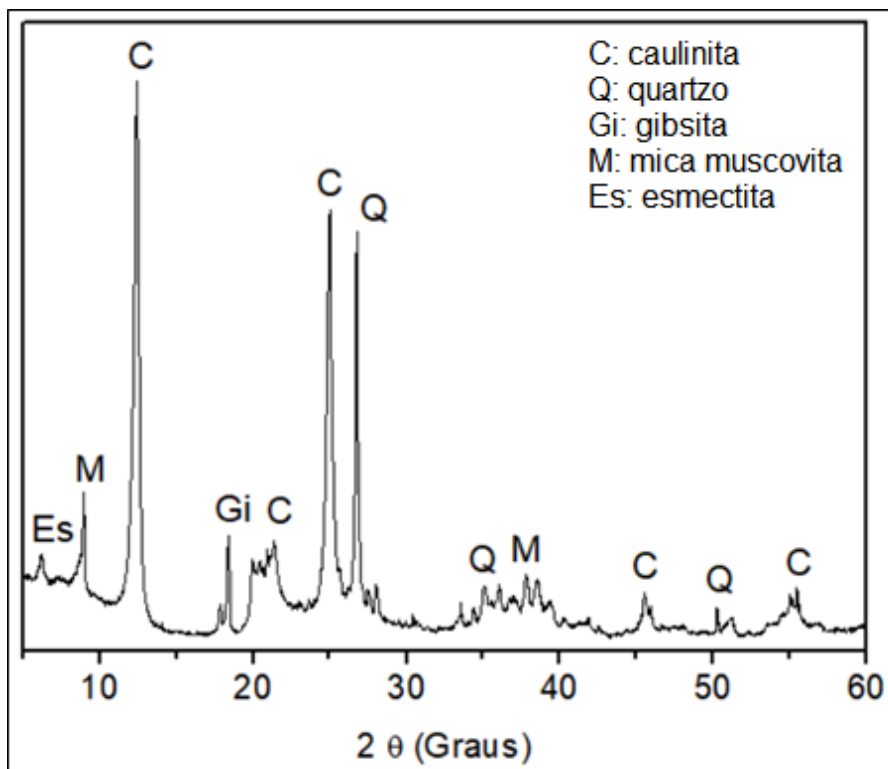
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização das matérias-primas

4.1.1 Difração de raios-X dos materiais

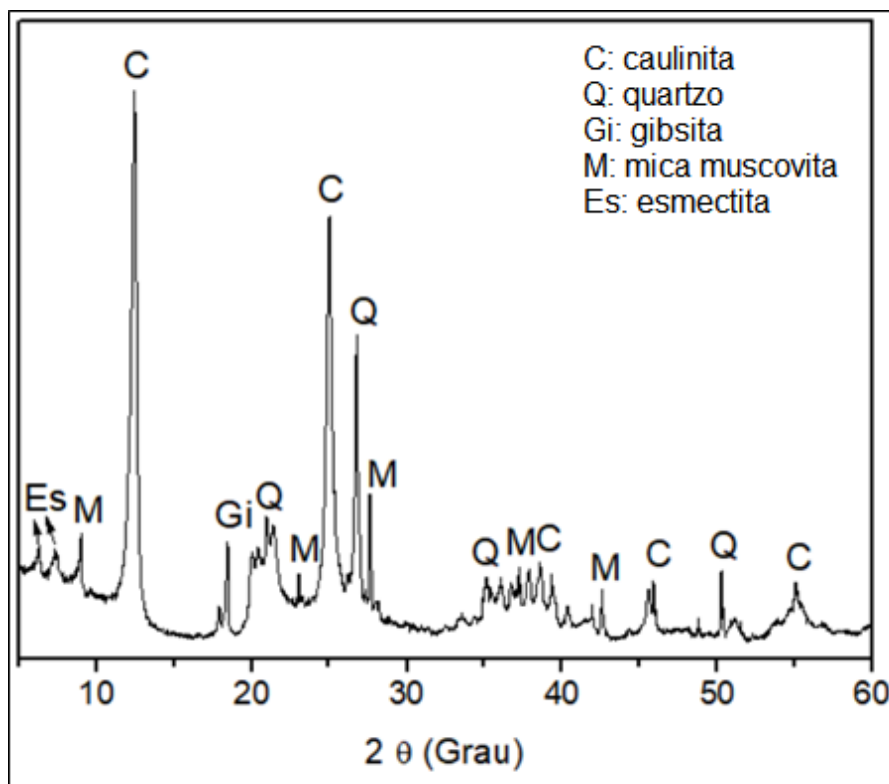
As Figuras 11 e 12 apresentam o difratograma da argila forte e da argila fraca, respectivamente.

Figura 11 – Difratograma de raios-x da argila forte. C – caulinita, Q – quartzo, Gi – gibsita, M – mica muscovita, Es – esmectita



Fonte: autor

Figura 12 – Difratoograma de raios-x da argila fraca. C – caulinita, Q – quartzo, Gi – gibsita, M – mica muscovita, Es – esmectita



Fonte: autor

Ambos os tipos de argilas apresentam composição mineralógica semelhante, foram identificados picos de difração correspondentes da caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), quartzo (SiO_2), gibsita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), mica muscovita ($\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e minerais acessórios de esmectita ($\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$).

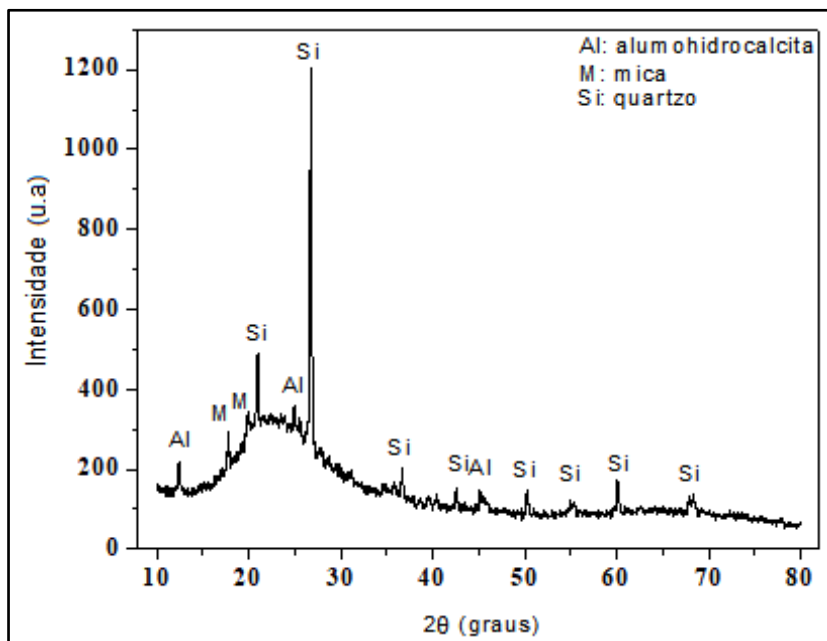
A caulinita é o mineral responsável pelo desenvolvimento da plasticidade nas argilas. O quartzo é a principal impureza presente nas argilas e se comporta como material não plástico e inerte durante a queima. A gibsita evidencia que nem todo óxido de alumínio (Al_2O_3) está relacionado ao argilomineral principal de argilas cauliniticas, além disso, proporciona o aumento da refratariedade e a perda de massa durante a queima. A mica muscovita tem textura lamelar e pode ocasionar defeitos na peça cerâmica, porém, em tamanho de partícula reduzido, ela pode atuar como fundente, devido aos seus óxidos alcalinos (VIEIRA, 2011; CANDIDO, 2012).

Peçanha e colaboradores (2005) encontraram as fases minerais caulinita, gibsita, mica muscovita e quartzo para argila forte e fraca da região dos Campos dos

Goytacazes, estado do Rio de Janeiro, fases também encontradas nas argilas amazônicas estudadas, como exposto acima.

A Figura 13 ilustra a composição mineralógica do metacaulim.

Figura 13 – Difratoograma de raios-x do metacaulim. Si – quartzo, M – mica, Al - alumohidrocalcita



Fonte: autor

Os picos de difração identificados no metacaulim foram quartzo (SiO_2), alumohidrocalcita ($\text{CaAl}_2(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) e mica ($\text{H}_2\text{KA1}_3(\text{SiO}_4)_3$). O quartzo (Si) presente é relacionado ao elemento silício, a alumohidrocalcita (Al) está associada com a presença de alumínio e cálcio e a mica (M) pelo teor de potássio confirmando a presença dos óxidos verificados pela técnica de FRX.

4.1.2 Fluorescência de raios-X das argilas e do metacaulim (FRX)

A Tabela 3 apresenta os resultados da análise da composição química da argila forte, argila fraca e metacaulim obtidos por FRX.

Tabela 3 – FRX dos materiais

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	K ₂ O	Perda ao fogo
Argila								
Forte	59,03	26,75	9,09	1,80	-	-	3,31	12,19
Argila								
Fraca	66,39	18,74	7,75	1,63	0,65	0,97	4,36	5,38
Meta-								
caulim	54,87	39,38	3,04	-	0,59		2,12	-

Fonte: autor

É possível observar que as composições químicas de ambos os tipos de argilas são semelhantes. Ademais, todos os materiais possuem elevados teores de sílica e alumina, aproximadamente 90% de sua composição.

Segundo Santos (1989) argilas que possuem teor de alumina maior que 39,8%, que é o teor da caulinita teórica, são argilas altamente aluminosas e refratárias, porém mesmo com valores abaixo desse composto, o material pode ser considerado um potencial refratário, como é visto nas argilas forte e fraca apresentadas. Além disso, verifica-se que o metacaulim possui 39,38% de teor de alumina, indicando ser um material tipicamente refratário.

Por conseguinte, as argilas forte e fraca apresentam um alto teor de óxido de ferro, composto importante que confere à coloração avermelhada às peças cerâmicas, depois da etapa de queima. Por outro lado, o óxido de titânio, contribui na coloração mais amarronzada das cerâmicas.

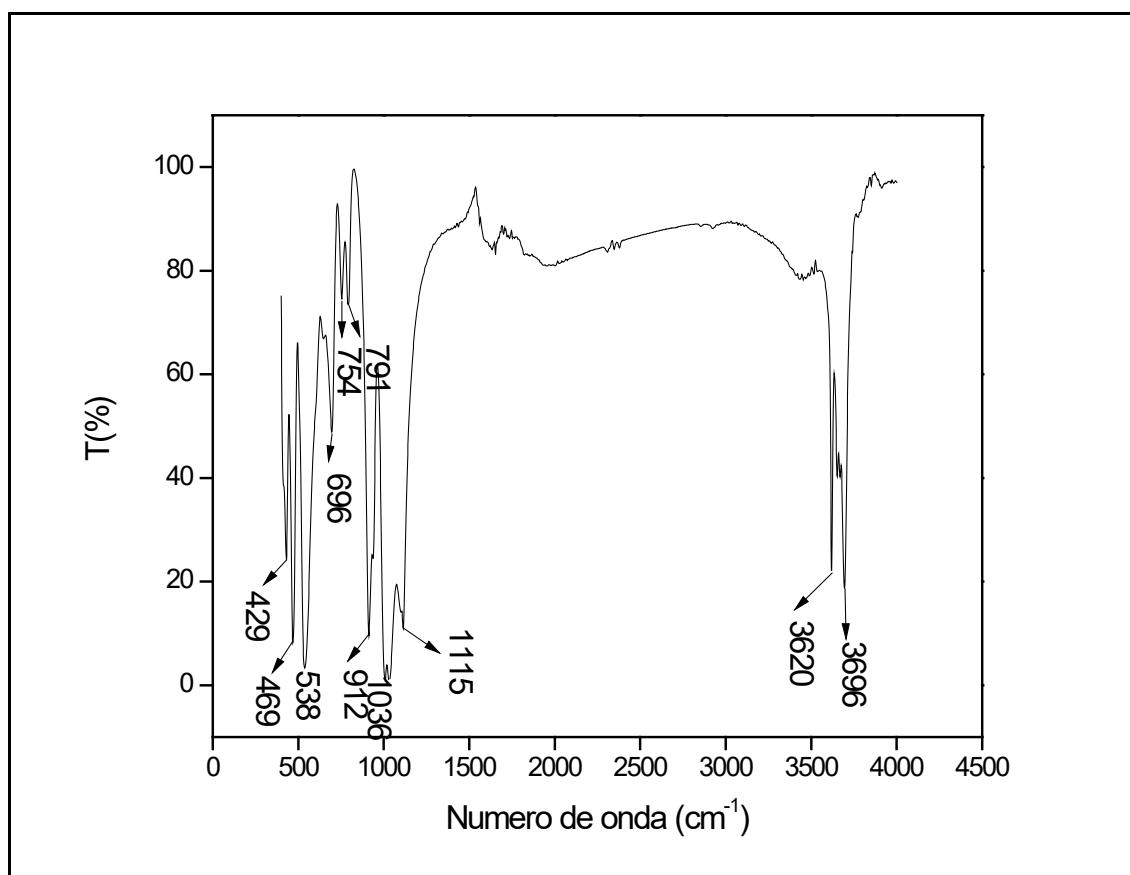
Em relação aos óxidos fundentes, são encontrados valores traços de óxidos de cálcio e de manganês na argila fraca e no metacaulim, porém, com algum teor de óxido de potássio em todas as matérias-primas, o que é interessante, na diminuição do ponto de fusão da microestrutura das peças cerâmicas, ocasionando a formação de mais fase líquida e finalmente, proporcionando uma melhor densificação das cerâmicas após o processo térmico de queima. Diversos fatores estão relacionados à perda ao fogo das argilas, tais quais: eliminação de água dos argilominerais, desidratação dos hidróxidos e oxidação da matéria orgânica. Nesse caso, o elevado teor de perda ao fogo das argilas, deve-se, majoritariamente, a eliminação de água de constituição da caulinita e desidratação da gibsita (CANDIDO, 2012).

É importante ressaltar que a presença de carbono não é interessante na composição de tijolos refratários, através da oxidação do carbono por óxido de ferro da escória, no caso de produção do aço, ou por oxigênio da atmosfera do forno, formando uma camada descarbinizada que facilita a penetração da escória. O material estudado não apresenta este elemento, relacionado à matéria orgânica, a qual é volatilizada e representada pela perda ao fogo (BRAGANÇA, 2012).

4.1.3 Espectroscopia de Infravermelhos com Transformadas de Fourier (FTIR) do metacaulim

O FTIR do metacaulim está representado na Figura 14.

Figura 14 – FTIR do metacaulim



Fonte: autor

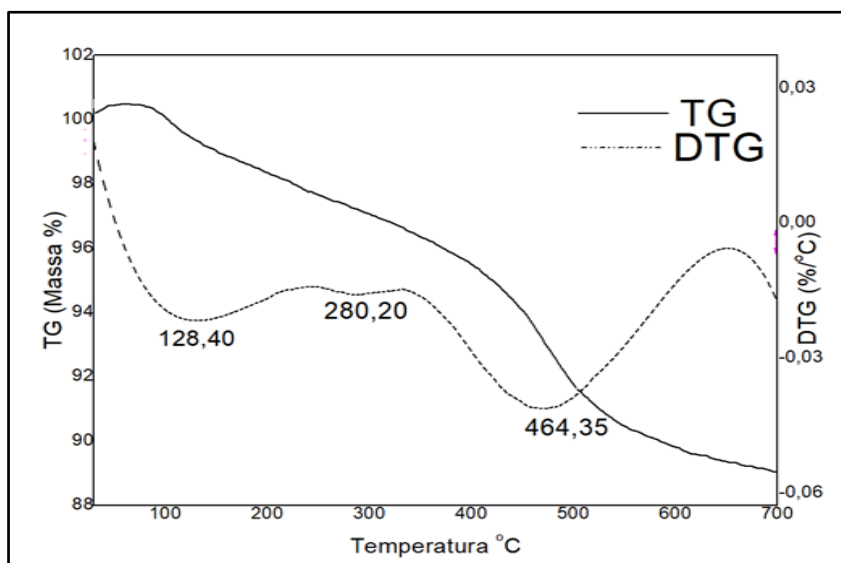
As bandas em 696, 754 e 791 cm^{-1} estão associadas a deformações de SiO enquanto que a bandas em 1036 cm^{-1} está relacionada ao estiramento de SiO. A banda em 912 cm^{-1} refere-se à deformação da hidroxila e as bandas à 3620 e 3696 cm^{-1}

correspondem aos estiramento OH. Todas essas vibrações são características, principalmente, do mineral caulinita (CARNEIRO *et al.*, 2003).

4.1.4 Termogravimetria (TG) e termogravimetria derivada (DTG) das argilas

A Figura 15 mostra as curvas de TG/DTG da argila forte.

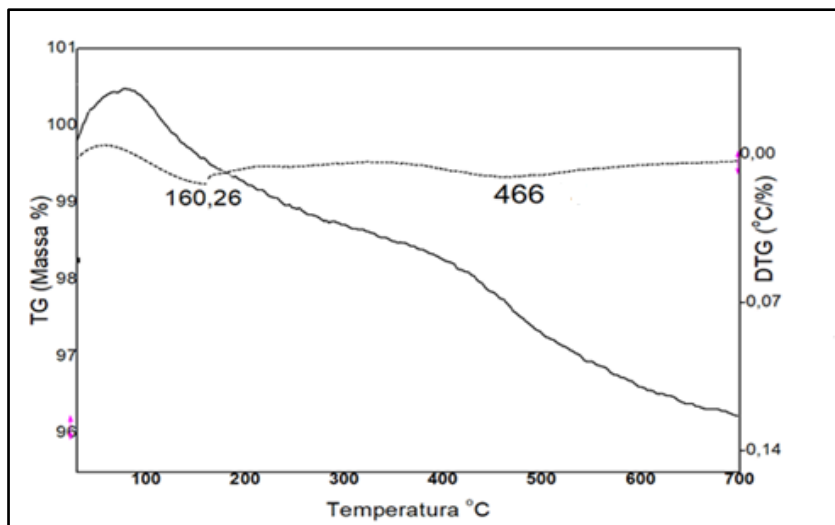
Figura 15 – Curvas TG/DTG da argila forte



Fonte: autor

Analisando as temperaturas apresentadas, observa-se uma perda de massa em 128,4 e 280,2 °C, que pode estar associada à perda da água de umidade e de hidroxila, respectivamente. Posteriormente, existe outra perda de massa na temperaturas de 464,35 °C relacionada à desidroxilação da caulinita que passa a se transformar em uma fase amorfa, a metacaulinita (CANDIDO, 2012).

Por outro lado, a Figura 16, indica as curvas TG/DTG para a argila fraca.

Figura 16 – Curvas TG/DTG da argila fraca

Fonte: autor

Segundo VIEIRA e colaboradores (2011), é possível observar que os dois tipos de argila (forte e fraca), apresentam comportamento térmico semelhante, porém, com diferenças, basicamente, no grau de perda de massa, devido ao maior teor de argilomineral do tipo caulinita presente na argila forte em relação à argila fraca.

Observando as temperaturas apresentadas, há uma perda de massa em 160,26, relacionada à perda da água de umidade e absorvida. Na temperatura de 466 °C ocorre outra perda de massa, devido à transformação de fase da caulinita, perdas que também foram observadas na argila forte (DA SILVA, 2018).

4.1.5 Plasticidade das argilas

O limite de plasticidade (LP) indica a quantidade mínima de água necessária para que a massa cerâmica seja conformada. Por outro lado, o limite de liquidez (LL) indica a quantidade máxima de água adicionada à massa cerâmica que ainda seja possível conformá-la. Finalmente, o índice de plasticidade (IP) representa a diferença entre LL e LP indicando a faixa de consistência plástica (CANDIDO, 2012). A Tabela 2 fornece os valores de IP, LL e LP dos dois tipos de argilas.

Tabela 2 – IP, LL e LP das argilas

	IP	LL	LP
Argila forte	22,30	57,94	35,64
Argila fraca	10,83	41,49	30,66

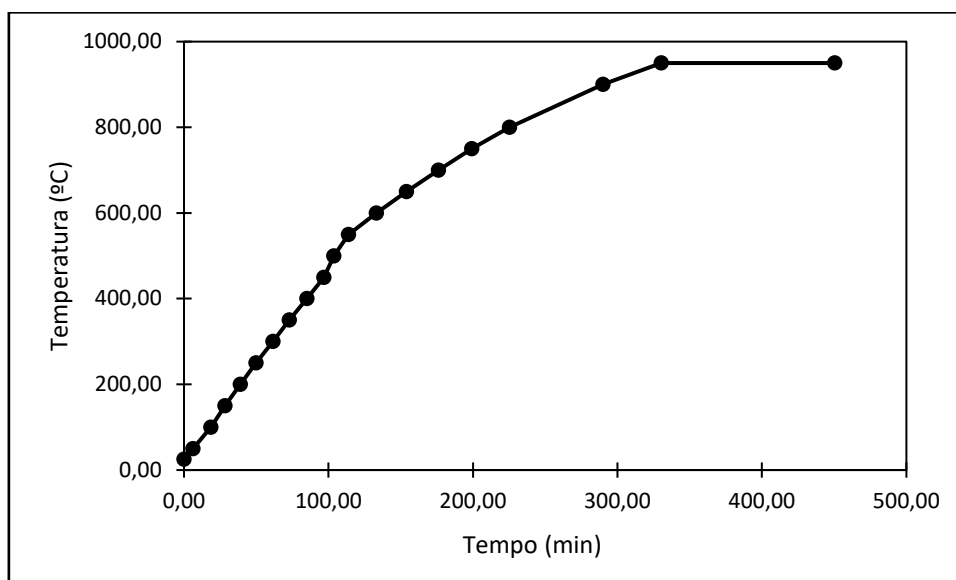
Fonte: autor

Percebe-se que a argila forte apresenta maior índice de plasticidade que a argila fraca, pois a primeira apresenta maior teor de argilomineral. Esse fator pode ocasionar defeitos estruturais nas peças queimadas devido à maior quantidade de água adicionada à argila forte para promover a plasticidade da massa argilosa. Dessa forma, realizar a mistura entre a argila forte e a argila fraca pode ser uma alternativa para o controle dimensional e, conseqüentemente, para o controle de defeitos nas peças queimadas.

4.2 Ciclo de queima

A Figura 17 ilustra o ciclo de queima dos corpos de prova queimados à temperatura de 950 °C.

Figura 17 – Ciclo de queima



Fonte: autor

A taxa de aquecimento foi de aproximadamente $2,8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e foi calculada pela Equação (2), a qual foi adequada, pois não foi tão rápida a ponto de produzir trincas, podendo facilitar a fratura do material cerâmico futuramente.

Além disso, um ciclo de queima mais lento contribui para a diminuição da absorção de água, pois o maior tempo de exposição em temperaturas mais elevadas, favorece a cinética das reações (PINTO; SOUSA; HOLANDA, 2005).

É possível observar pela Figura 18, o resultado desse processo de queima e concluir que os corpos de prova apresentaram uma superfície sem rugosidades, pois superfícies rugosas facilitam a penetração da escória, o que é prejudicial ao processo e danifica o material refratário (BRAGANÇA, 2012).

Figura 18 – Corpos de prova queimados

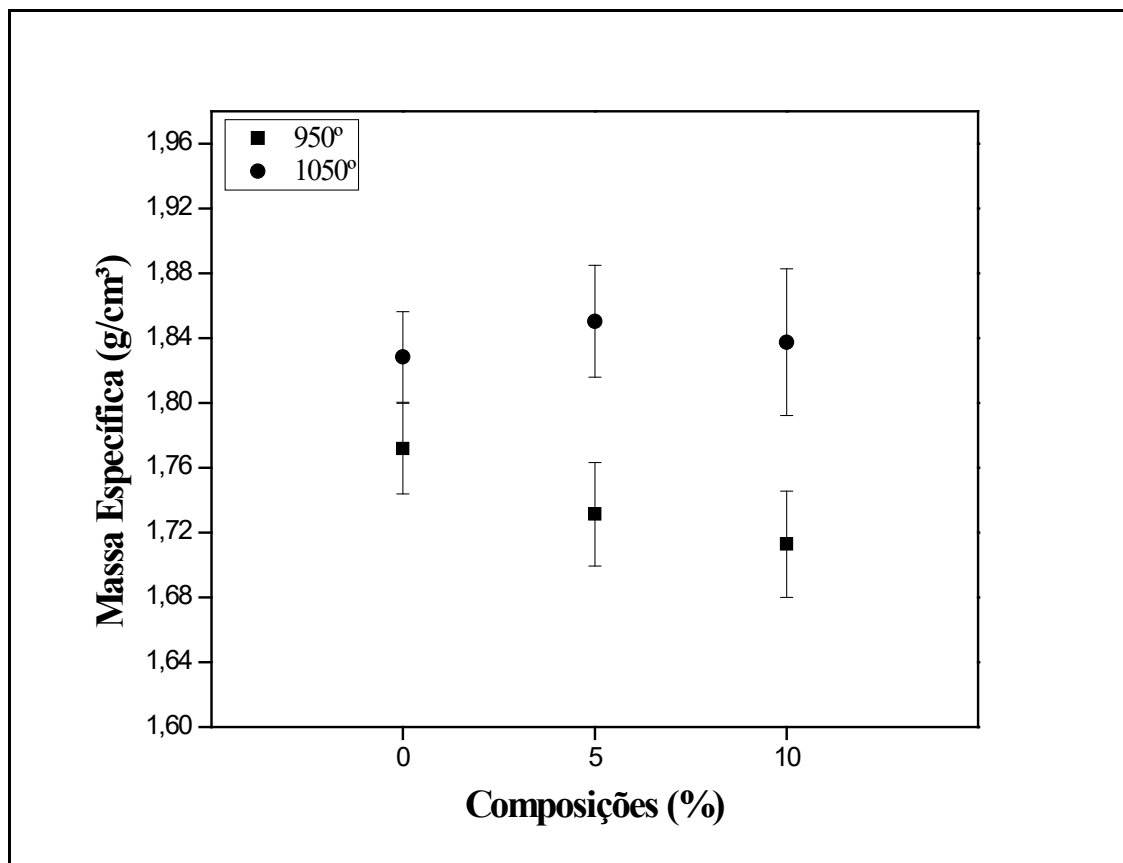


Fonte: autor

4.3 Massa específica aparente

A Figura 19 apresenta a massa específica aparente dos corpos de prova cerâmicos.

Figura 19 – Massa específica aparente das composições



Fonte: autor

É possível observar que a adição de metacaulim à massa argilosa, em geral, diminuiu a massa específica, porém essa variação não foi tão significativa, segundo as barras de desvio padrão. Com valor médio de 1,71 g/cm³ da F10% na temperatura de 950 °C. É importante ressaltar que a F5% na temperatura de 1050 °C contribuiu para o aumento da massa específica aparente, com o valor médio de 1,85 g/cm³.

O aumento da massa específica aparente significa que os corpos de prova apresentam um maior empacotamento das partículas ocorrido durante a etapa de conformação, conseqüentemente, essas partículas terão uma melhor consolidação na etapa de queima, melhorando as propriedades tecnológicas (CANDIDO, 2012).

Além disso, observa-se que na temperatura de 1050 °C, os valores de massa específica aparente do material cerâmico são maiores que à 950 °C, devido aos processos de sinterização mais avançados em temperaturas maiores, formando fase líquida com maior intensidade, a qual tem a função de preencher os poros do material, em geral, materiais refratários mais densos, possuem melhor resistência ao ataque

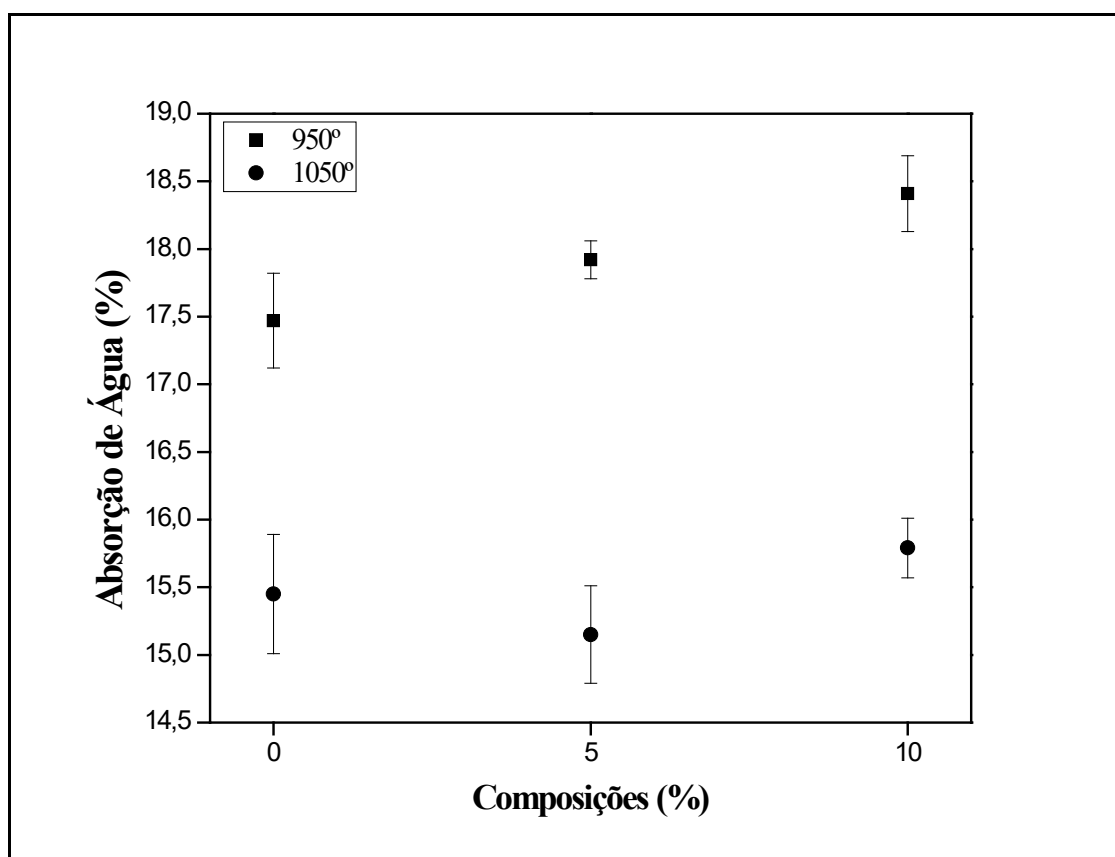
químico; à corrosão; à penetração de gases, escórias e metal líquido; e à erosão (BRAGANÇA, 2012).

4.4 Ensaios para determinação das propriedades tecnológicas

4.4.1 Absorção de água

A Figura 20 ilustra a absorção de água das composições estudadas.

Figura 20 – Absorção de água das composições



Fonte: autor

Independentemente da temperatura, observa-se na o aumento da absorção de água dos corpos cerâmicos conforme a adição do metacaulim, com o maior valor de 18,41 na F10% na temperatura de 950 °C. Na temperatura de 1050 °C também ocorre o aumento, porém, com valores mais baixos, 15,79 na F10% nessa temperatura, observa-se também que na temperatura de 1050 °C não ocorre variação tão acentuada como ocorre na temperatura de 950 °C.

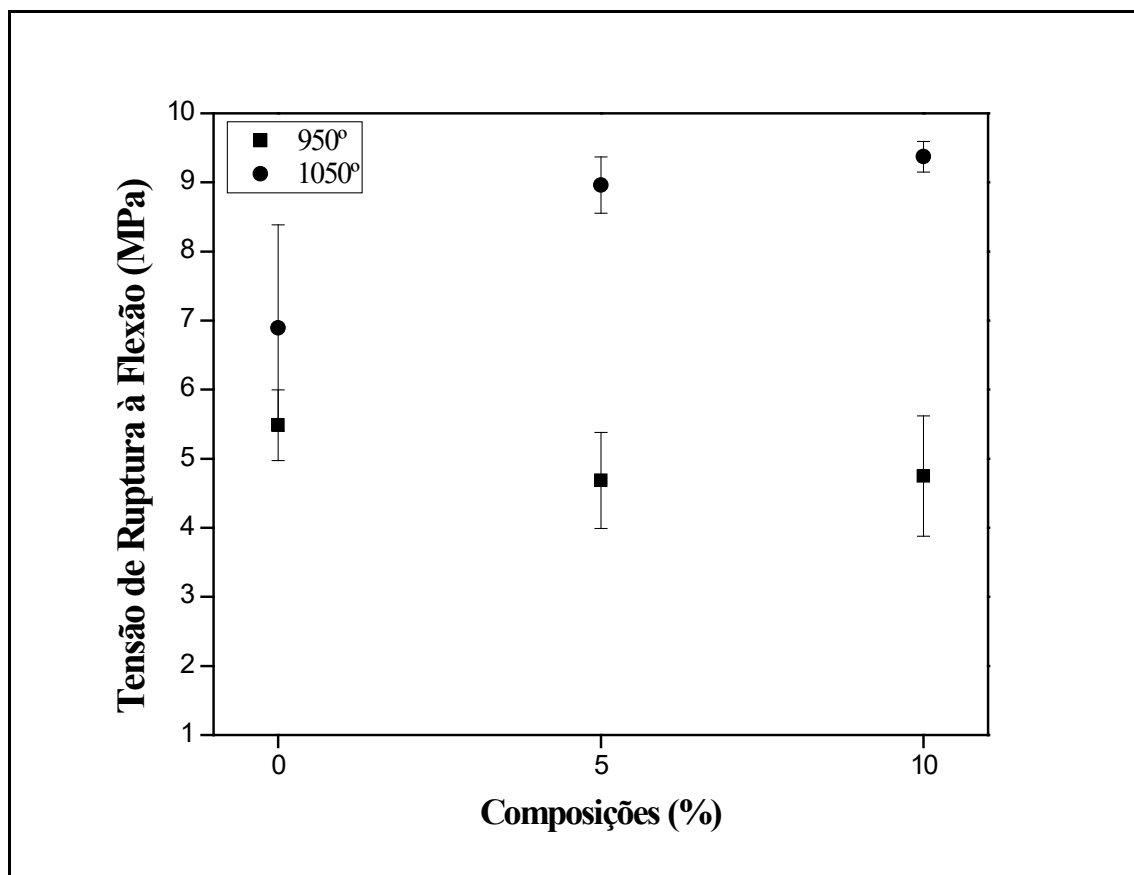
De Jesus (2019) encontrou o valor médio de 18% para absorção de água de massa argilosa composta por uma argila forte e uma argila fraca queimada à 950 °C, indicando que os resultados obtidos neste trabalho foram razoáveis, pois encontrou-se 17,5% para as mesmas condições de processamento.

Nas temperaturas de queima mais baixas, um corpo cerâmico possui estrutura desorganizada gerando produtos com maior números de poros acarretando em maiores valores de absorção de água, corroborando para a absorção de água menor à 1050 °C, em relação à temperatura de 950 °C (MENDONÇA *et al.*, 2017).

4.4.2 Resistência em flexão

Em relação a resistência mecânica à esforço de flexão, a Figura 21 ilustra que em 950 °C, a adição de metacaulim à massa argilosa diminui ligeiramente a resistência mecânica, porém, na temperatura de 1050 °C, a incorporação de metacaulim melhora significativamente essa propriedade. Em 950 °C o maior valor médio foi para a F0% (sem adição de metacaulim, com 5,49 MPa de tensão de ruptura à flexão, à 1050 °C a formulação que teve melhor resultado foi a F10%, com o valor de 9,37 MPa de resistência.

Ramalho e colaboradores (2005) encontraram o valor de 6,69 MPa para massa argilosa com 10% de resíduo de metacaulim e 6,28 MPa para massa argilosa com 20% de resíduo de caulim queimados à 1000 °C, indicando que os resultados obtidos neste trabalho de resistência à 1050 °C foram satisfatórios e que provavelmente o aumento da quantidade de metacaulim incorporada pode não ser viável por sua consequente diminuição da resistência mecânica, como constatada pelos autores.

Figura 21 – Tensão de ruptura à flexão das composições

Fonte: autor

Além disso, a tensão de ruptura à flexão, é um parâmetro importante no desenvolvimento e nas especificações de aplicação quando o material refratário sofre carregamento de esforços mais complexos, indicando que a F10% na temperatura de 1050 °C tem potencial para tais usos (COTTA e RODRIGUES, 2014). Ademais, essa propriedade também é importante no transporte e manuseio dos tijolos refratários

De acordo com os dados obtidos, na temperatura de 950 °C, em relação à absorção de água, massa específica aparente e resistência em flexão, o efeito da incorporação do metacaulim à massa argilosa diminuiu a massa específica aparente e a resistência e conseqüentemente aumentou a absorção de água.

Por outro lado, na temperatura de 1050 °C, os valores das propriedades físicas e tecnológicas foram mais satisfatórios. A absorção de água ficou praticamente constante, enquanto que ocorreu uma maior densificação e maior resistência em flexão, conforme a adição de metacaulim à massa argilosa.

5 CONCLUSÕES

De acordo com o apresentado neste trabalho, é possível concluir que:

Em relação aos difratogramas das argilas, a fase mineral gibsita encontrada, irá contribuir para o aumento da refratariedade das composições, melhorando a resistência dos mesmos à temperaturas extremas, ou seja, não se degradando.

Em relação à composição química das matérias-primas, não foi encontrado o elemento carbono, o que poderia contribuir para a corrosão dos materiais refratários por penetração de escória. Além disso, argilas com valores próximos ou superiores a 39,8% de teor de alumina são tipicamente refratárias, sendo que o metacaulim teve valor de 39,38% de alumina, indicando ser um potencial material refratário.

Em relação ao ensaio de plasticidade, a argila forte é mais plástica que a argila fraca, porém, para se obter uma trabalhabilidade adequada, é necessária a mistura entre os tipos de argilas.

O ciclo de queima foi adequado, a medida que produziu peças sem defeitos significativos, com uma superfície lisa, o que dificulta a penetração da escória.

A adição de metacaulim, em geral, diminuiu a massa específica aparente, porém com pouca variação e a incorporação de 5% de metacaulim na temperatura de 1050 °C contribuiu para o aumento desta propriedade, com o valor de 1,85 g/cm³, o que proporciona a resistência ao ataque químico; à corrosão; à penetração de gases, escórias e metal líquido; e à erosão.

A absorção de água, em geral, aumentou com a adição de metacaulim na massa argilosa, e seus valores à 1050 °C foram mais baixos que à 950 °C.

O valor médio de tensão de ruptura à flexão aumentou com a adição de metacaulim à massa argilosa na temperatura de 1050 °C. A F10% teve melhor resultado com o valor de 9,37 MPa de resistência, essa propriedade é importante no projeto de materiais refratários para usos onde ocorrem esforços complexos.

Por último, é possível observar que a formulação F10% na temperatura de 1050 °C, demonstrou melhores resultados, indicando que a adição de metacaulim à massa argilosa é interessante, tanto para produção de tijolos refratários como também para cerâmicas estruturais.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para a continuação deste trabalho, sugere-se:

Realizar a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e o DRX das peças queimadas, para investigar transformações de fase que ocorrem nesse tipo de estudo.

Realizar um estudo de diferentes faixas de massa específica, para avaliar a interferência na resistência à flexão, objetivando o controle de tais propriedades.

Variar o teor de metacaulim adicionado à massa argilosa, realizando um estudo mássico.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT **NBR 6458**: Grãos de pedregulho retidos na peneira de 4,8 mm - Determinação de massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água. Rio de Janeiro, ABNT, 1984.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT **NBR 6459**. Determinação do limite de liquidez: método de ensaio. Rio de Janeiro, ABNT, 1984b.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1984c). ABNT **NBR 7180** Determinação de limites de plasticidade: método de ensaio. Rio de Janeiro, ABNT, 1984a.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1992). ABNT **NBR 13818**: Placas cerâmicas para revestimento – Especificação e métodos de ensaios. Rio de Janeiro: ABNT, 1997.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (1977a). **ASTM C373-72**. Test method for water absorption, bulk density, apparent porosity and apparent specific gravity of fired whiteware products, ASTM, 1977.
- BRAGRANÇA, S. R. Corrosão de refratários utilizados na siderurgia. Parte II: Propriedades físicas dos refratários e fatores operacionais. **Cerâmica**, São Paulo, v. 58, p. 459-464, 2012.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 817 p.
- CANDIDO, V. S. **Utilização de argilito e chamote de blocos de vedação na composição de massa de pavimento intertravado cerâmico - adoquim**. 2012. 129 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharias de Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense. Rio de Janeiro, 2012.
- CARNEIRO, B. S. *et al.* Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará. **Cerâmica**, São Paulo, v. 49, p. 237-244, 2003.
- COELHO, A. C. V.; SANTOS, P. S. Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades. **Quim. Nova**, São Paulo, v. 30, n. 1, p. 146-152, 2007.
- COTTA, L. S.; RODRIGUES, C. G. Avaliação de revestimento refratário no processo siderúrgico. **E-xacta**, Belo Horizonte, v. 7, p. 185-203, 2014.
- CRISCUOLO, P. S. R. **Beneficiamento do caulim duro das bacias dos rios Capim e Jari através do processo de agregação seletiva**. 2008. 100 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

DA LUZ, A. B. *et al.* Pegmatitos do Nordeste: diagnóstico sobre o aproveitamento racional e integrado. Série Rochas e Minerais Industriais, n. 9. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2003. 97 p.

DA SILVA, A. C.; VIDAL, M.; PEREIRA, M. G. Impactos ambientais causados pela mineração e beneficiamento de caulim. **Rem: Rev. Esc. Minas**, Ouro Preto, v. 54, n. 2, 2001.

DA SILVA, M. C. P. **Incorporação de escória de alto-forno em cerâmica vermelha para produção de blocos de vedação**. 2018. 62 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia de Processos) – PPGEP/ITEC, Universidade Federal do Pará, Belém, 2018.

DE BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, F. K.; LOURENÇO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, Natal, v. 3, ano 23, p. 204-211, 2007.

DE JESUS, G. E. S. **Estudo de incorporação de lama de alto forno em composição mássica para produção de tijolos**. 2019. 60 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

FARIAS, J. O. G. (consultor) **Relatório técnico 39**: perfil do caulim. Belo Horizonte: J Mendo Consultoria, 2009.

FERRARI, C. R.; RODRIGUES, J. A. Refratários de alumina contendo agregado de mulita-zircônia: aspectos microestruturais. **Cerâmica**, São Paulo, v. 46, n. 298, p. 83-90, 2000.

FILHO, E. S. **Caracterização de caulim da região do Rio Capim (PA)**. 2010. 125 f. Dissertação (Mestrado em Física) – Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, 2010.

LUZ, A. P.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão: Uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Cerâmica**, São Paulo, v. 54, p. 174-183, 2008.

MACEDO, R. S. *et al.* Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v.54, p. 411-417, 2008.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento portland e hidróxido de cálcio**. 2011. 134 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

MENDONÇA, A. M. G. D. *et al.* Aproveitamento de resíduo de caulim na produção de blocos cerâmicos. CONGRESSO BRASILEIRO DE GESTÃO AMBIENTAL, 8, 2017, Campo Grande. **Anais**. Bauru: Instituto Brasileiro de Estudos Ambientais, 2017.

- PEÇANHA, L. A.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. Avaliação da mistura de argilas de Campos de Goytacazes utilizada em cerâmicas vermelhas. CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 49, 2005, São Pedro. **Anais**. São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2005.
- PÉREZ, C. A. S. *et al.* Caracterização de massas cerâmicas utilizadas na indústria de cerâmica vermelha em São Domingos do Sul - RS. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v.15, n.1, p. 38-43, 2010.
- PINTO, M. F.; SOUSA, J. G.; HOLANDA, J. N. F. Efeito do ciclo de queima sobre as propriedades tecnológicas de uma massa cerâmica vermelha para revestimento poroso. **Cerâmica**, São Paulo, v. 51, p. 225-229, 2005.
- RAMALHO, M. A. F. *et al.* Caracterização de resíduos de caulim e granito para uso em massas cerâmicas – parte I. CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 49, 2005, São Pedro. **Anais**. São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2005.
- SAKO, E. Y.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão - A relação entre a corrosão e a microestrutura: a chave para o desenvolvimento de concretos refratários espinelizados de alto desempenho. **Cerâmica**, São Paulo, v. 60, p. 127-143, 2014.
- SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1989. 408 p.
- SERPA, E. C. S. N. **Obtenção de fritas cerâmicas a partir de resíduo refratário proveniente do setor metalúrgico**. 2007. 67 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.
- SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. 6. ed. 4ª reimpressão. São Paulo: Pearson Education do Brasil, 2012. 556 p.
- VIEIRA, C. M. F.; PINHEIRO, R. M. Avaliação de argilas cauliníticas de Campos dos Goytacazes utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v. 57, n. 343, 2011.
- VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. 13ª reimpressão. São Paulo: Edgard Blücher, 2000. 427 p.
- ZANOTTO, E. D.; MIGLIORE JR., A. R. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: Uma introdução. **Cerâmica**, São Paulo, v. 37, p. 07-16, 1991.