

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**LUCAS MEDEIROS FREIRE**

**INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO, TEMPO E TEMPERATURA DE  
SINTERIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES DOS PORCELANATOS**

**BELO HORIZONTE  
2015**

LUCAS MEDEIROS FREIRE

INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO, TEMPO E TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO  
NAS PROPRIEDADES DOS PORCELANATOS

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de  
Engenharia de Materiais do Centro Federal  
de Educação Tecnológica de Minas Gerais,  
como requisito parcial para a obtenção do  
título de Bacharel em Engenharia de  
Materiais.

Orientador: Paulo Renato Perdigão de Paiva

BELO HORIZONTE

2015

LUCAS MEDEIROS FREIRE

INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO, TEMPO E TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO  
NAS PROPRIEDADES DOS PORCELANATOS

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de  
Engenharia de Materiais do Centro Federal  
de Educação Tecnológica de Minas Gerais,  
como requisito parcial para a obtenção do  
título de Bacharel em Engenharia de  
Materiais.

**APROVADO EM 16/07/2015**

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Paulo Renato Perdigão de Paiva (Orientador)

---

Profa. Msc. Luciana Boaventura Palhares

---

Profa. Msc. Jacyara Maria Alves Vieira

*Aos que não desistiram de mim.*

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais pela vida, pelo amparo e pela educação, responsáveis pela pessoa que sou hoje.

Ao meu irmão pelo incentivo e por sempre acreditar em mim.

Aos grandes amigos que estiveram ao meu lado nos momentos cruciais, até mesmo àqueles distantes geograficamente.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, instituição que me agrega conhecimentos há anos e que me fornece ensino gratuito e de qualidade, e ao Departamento de Engenharia de Materiais por todo o amparo.

Ao Governo Federal e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) que, através do programa Ciência sem Fronteiras, me contemplaram com uma bolsa de estudos na modalidade Graduação Sanduíche na Espanha. Desta forma, agradeço à *Universitat Politècnica de Catalunya* por me receber na *Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona*, e ao professor Marc Anglada Gomila, por me contemplar com pesquisas e atividades no laboratório do *Departament de Ciència del Materials i Enginyeria Metal·lúrgica*.

À Cecrisa Revestimentos Cerâmicos pelo fornecimento das matérias-primas necessárias à elaboração deste trabalho.

Ao Paulo Renato Perdigão de Paiva, professor orientador do CEFET-MG, pelas reuniões, ideias, orientações, dicas, transmissões de conhecimento e apoio acadêmico.

Aos professores Wanderlei Ferreira de Freitas e Marcos Gonçalves Rios, responsáveis pelas disciplinas de Trabalho de Conclusão de Curso I e II, respectivamente, pelas aulas ministradas e esclarecimento de dúvidas.

*“Se você ouvir uma voz dentro de você dizer ‘você não pode pintar’, então pinte sem dúvida e essa voz será silenciada.”*

Vincent Van Gogh

## RESUMO

O presente trabalho tem por objetivo principal buscar o entendimento das variáveis composição química, tempo e temperatura de sinterização, inerentes ao processamento dos porcelanatos, bem como avaliar a influência das mesmas nas suas propriedades finais. Foram confeccionados nove corpos de provas, por prensagem convencional, com diferentes composições químicas. A sinterização foi realizada variando o tempo (45; 46; 48 e 60min) e temperatura (1232,5; 1245,0 e 1246,5°C) e o resultado foi analisado de maneira comparativa com um corpo de prova padrão (PA), levando em conta a influência desses parâmetros nas propriedades finais dos porcelanatos. As análises químicas apontaram a presença dos óxidos  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$  e  $\text{ZrO}_2$  nas matérias-primas utilizadas. A variação nos teores dos óxidos presentes nas diferentes matérias-primas influenciou na perda ao fogo, indicando que as matérias-primas com maiores teores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  apresentaram maior perda ao fogo e, conseqüentemente, maior influência na retração das peças após sinterização. O teor de óxido de ferro em cada amostra influenciou na variação de tonalidade dos porcelanatos, sendo que esses valores variaram de 0,47% a 0,62%. Os resultados de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão indicaram um incremento da resistência mecânica dos porcelanatos. Dentre os corpos de prova analisados, o corpo de prova do tipo 5 apresentou maior carga de ruptura a úmido e a seco (2N e 14,69N, respectivamente) e também maior módulo de resistência à flexão a úmido e a seco (0,40MPa e 2,61MPa, respectivamente). Este estudo mostrou que a composição química dos insumos, assim como a variação do tempo e da temperatura de sinterização são parâmetros que devem ser levado em conta quando se pretende avaliar as principais propriedades dos porcelanatos.

Palavras-chave: Porcelanatos. Sinterização. Composição Química.

## ABSTRACT

The present work aims mainly to seek the understanding of the variables chemical composition, sintering time and temperature, inherent to the porcelain processing, as well as evaluate their influence in the product final properties. Nine samples were made by conventional pressing with different chemical composition. The process of sintering were made with different times (45; 46; 48 and 60min) and temperatures (1232,5; 1245,0 and 1246,5°C) and the results were analyzed comparing with a standard sample, considering the influence of these parameters in the final properties. The chemical analysis has showed presence of the oxides  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$  and  $\text{ZrO}_2$  in the used raw materials. The variation of the content of oxides present in the different raw materials had an influence in the fire loss, showing that higher contents of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  represent higher fire loss and consequently higher retraction after sintering. The content of iron oxide in each sample had an influence in the porcelain color, being the variation between 0,47% a 0,62%. The results of rupture load and bending resistance modulus showed an increase in the mechanical resistance of the porcelain. Within the analyzed samples, the type 5 has showed higher dry and wet rupture load (2N and 14,69N, respectively) also higher wet and dry bending resistance (0,40MPa and 2,61MPa, respectively). This study has showed that chemical composition of raw materials as well as sintering time and temperature are factors that have to be considered in order to evaluate the main properties of porcelain.

Key-words: Porcelain. Sintering. Chemical Composition.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Grécia Antiga: cariátides no templo de Erecteion, Atenas.....	19
Figura 2 - Espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva.....	31
Figura 3 – Imagem do equipamento semelhante ao usado na moagem e jarros “periquitos”..	34
Figura 4 – Exemplo das amostras em placa refratária logo antes de sinterizar.....	37
Figura 5 – Painel de porcelanatos montado sobre o chão.....	38
Figura 6 – Procedimento padrão de observação de painéis.....	38
Figura 7 – Fotografias das peças associadas à escala de cinza para análise comparativa do teor de óxido de ferro.....	45

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação dos revestimentos cerâmicos em função da absorção de água.....	21
Tabela 2 – Relação entre absorção e resistência à ruptura.....	29
Tabela 3 – Matérias-primas utilizadas na confecção dos porcelanatos.....	33
Tabela 4 – Percentual de cada matéria-prima utilizada na produção dos dez diferentes tipos de corpos de prova.....	35
Tabela 5 – Identificação dos corpos de prova utilizados no ensaio.....	39
Tabela 6 – Percentual em peso de óxidos presentes nas matérias-primas.....	40
Tabela 7 – Percentual em peso de óxidos presentes nos outros materiais usados.....	40
Tabela 8 – Valores de perda ao fogo das matérias-primas.....	42
Tabela 9 – Valores de perda ao fogo dos outros materiais usados.....	42
Tabela 10 – Valores de perda ao fogo teórica para os diferentes tipos de amostras.....	43
Tabela 11 – Percentual de óxido de ferro em cada tipo de amostra.....	44
Tabela 12 – Carga de ruptura e módulo de resistência à flexão via úmida.....	46
Tabela 13 – Carga de ruptura e módulo de resistência à flexão via seca.....	46
Tabela 14 – Retração das amostras após sinterização de diferentes durações.....	47
Tabela 15 – Resultados encontrados no ensaio de flexão.....	49

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

AA: absorção de água

CR: carga de ruptura

MRF: módulo de resistência à flexão

PA: amostra padrão

PF: perda ao fogo

RF: resistência à flexão

## LISTA DE SÍMBOLOS

b: largura da amostra ao longo da ruptura após o ensaio

$e_{\text{mín}}$ : espessura mínima da amostra

F: força de ruptura

g: grama

L: distância entre as barras de apoio

m: massa

mm: milímetro

MPa: mega Pascal

N: Newton

°C: grau Celsius

$\mu\text{m}$ : micrometro

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>15</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>17</b>
2.1 Objetivos específicos .....	17
<b>3 JUSTIFICATIVA</b> .....	<b>18</b>
<b>4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>19</b>
4.1 História dos materiais cerâmicos .....	19
4.2 As cerâmicas da atualidade.....	20
4.3 Placas cerâmicas para revestimentos .....	20
4.4 Definição e classificação das placas cerâmicas para revestimento.....	21
4.5 Principais matérias-primas dos porcelanatos .....	21
4.5.1 <i>Feldspato</i> .....	22
4.5.2 <i>Areia</i> .....	22
4.5.3 <i>Argila</i> .....	23
4.5.4 <i>Caulim</i> .....	24
4.5.5 <i>Bentonita</i> .....	24
4.6 Sinterização .....	25
4.6.1 <i>Sinterização dos porcelanatos</i> .....	26
4.7 Propriedades relevantes no estudo dos porcelanatos .....	28
4.7.1 <i>Retração volumétrica</i> .....	28
4.7.2 <i>Tonalidade</i> .....	28
4.7.3 <i>Absorção de água</i> .....	29
4.7.4 <i>Resistência à flexão e carga de ruptura</i> .....	29
4.8 Principais ensaios efetuados nos porcelanatos .....	30
4.9 Métodos utilizados na análise química dos porcelanatos .....	31
4.9.1 <i>Espectrometria de fluorescência de raios X</i> .....	31

4.9.2 Espectrometria de absorção atômica .....	32
<b>5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>33</b>
5.1 Materiais utilizados .....	33
5.1.1 Matérias-primas .....	33
5.1.2 Aditivos .....	33
5.2 Análise química dos materiais .....	34
5.3 Produção dos corpos de provas .....	34
5.4 Cálculo teórico da perda ao fogo .....	35
5.5 Cálculo do teor de óxido de ferro em cada tipo de amostra .....	36
5.6 Carga de ruptura e resistência a flexão .....	36
5.7 Sinterização .....	37
5.8 Absorção de água .....	37
5.9 Tonalidade .....	38
5.10 Retração volumétrica .....	39
5.11 Resistência à flexão .....	39
<b>6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>40</b>
6.1 Análises químicas dos materiais .....	40
6.2 Cálculo teórico da perda ao fogo .....	42
6.3 Cálculo do teor de óxido de ferro e análise da tonalidade .....	43
6.4 Valores de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão a verde.....	45
6.5 Avaliação da retração das amostras .....	47
6.6 Absorção de água .....	48
6.7 Resistência à flexão .....	48
<b>7 CONCLUSÕES.....</b>	<b>50</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Nos dias de hoje, a quantidade de materiais e técnicas para produção dos mesmos são enormes. A escolha do material mais adequado para uma determinada aplicação não é uma tarefa fácil, necessitando de um bom conhecimento em materiais. O tecnólogo deve conhecer os tipos de materiais e suas propriedades, além de, saber utilizar estes conhecimentos e determinar a escolha do material mais apropriado, levando em consideração o custo e suas características específicas (LOSEKANN, 2003).

Segundo a ABCERAM (Associação Brasileira de Cerâmica), materiais cerâmicos são materiais inorgânicos e não-metálicos que consistem em compostos que são formados entre elementos metálicos e não-metálicos, para os quais as ligações interatômicas ou são totalmente iônicas ou são predominantemente iônicas com alguma natureza covalente. Os produtos são obtidos geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

Os materiais cerâmicos de revestimento têm longa história. Há centenas de anos são conhecidos os azulejos utilizados no revestimento de paredes, sobretudo exteriores. Devido às suas características de impermeabilização e higiene, os azulejos passaram a ser intensamente utilizados em banheiros e cozinhas. Os revestimentos cerâmicos para piso são conhecidos desde os romanos, mas ganharam destaque industrial nas últimas décadas. O consumo de pisos cresce mais do que o de azulejos. Estão sendo desenvolvidos os pisos para tráfego pesado e os mesmos avançam do uso residencial para o uso comercial (ABCERAM).

A formulação de uma massa cerâmica para revestimento pode ser composta por: materiais argilosos, quartzo, caulim, feldspato e aditivos (FERRARI, 2000). A argila produz nas peças a formação de fase líquida de forma gradual durante a sinterização (NAVARRO, 1981). O caulim aumenta o teor de alumina e auxilia na brancura do produto final. O quartzo participa da fusão com o feldspato e contribui com o fluxo vítreo (OLIVEIRA, 1998). Por último, o feldspato diminui a temperatura de sinterização, atuando como fundente, formando fase vítrea, modificando a porosidades das peças e, conseqüentemente, diminuindo a absorção de água (MOTTA, 2002 e LLORENS, 2000).

A caracterização físico-química das matérias-primas é fundamental para a obtenção de peças com propriedades finais desejadas, que juntamente ao conhecimento e controle de todas as etapas do processo industrial, podem eliminar ou reduzir trincas, retração, compactação, fundência, absorção de água e aumentar a resistência mecânica. Além disso, a distribuição

granulométrica das partículas é fundamental na produção de revestimentos cerâmicos, devido à sua importância para o empacotamento das peças na etapa de conformação (MOTTA, 2002 e LLORENS, 2000).

O processo de sinterização é uma etapa primordial na produção de peças cerâmicas, principalmente na produção de porcelanatos, uma vez que durante a sinterização da peça cerâmica, há a formação de materiais vítreos que recobrirão uma determinada quantidade de poros, resultando num produto com menor absorção de água e maior resistência mecânica (ESCARDINO *et al.*).

Na sinterização, para que tenha uma melhora no setor de revestimento, se faz necessário um estudo do processo relativo ao tempo de sinterização, buscando aumentar a produtividade e contribuir com inovações nesse setor cerâmico. Outro fator importante de controle de qualidade do processo é a temperatura de queima, e conseqüentemente, a verificação das propriedades como absorção de água e dimensões da peça, observando se haverá grandes variações nessas características. O aumento da temperatura de sinterização fornece a energia necessária para que as reações ocorram e o tempo de sinterização permite que essas reações atinjam um equilíbrio de acordo com as leis da termodinâmica, portanto o tempo e a temperatura de queima, podendo acrescentar também o fator composição, são os fatores que estabelecem as mudanças que podem ocorrer numa cerâmica (SCHAFFER *et al.*, 2000).

Desta forma, a pesquisa do presente trabalho é importante, uma vez que visa buscar o entendimento das variáveis, composição química, tempo e temperatura de sinterização, inerentes ao processamento dos porcelanatos, bem como avaliar a influência das mesmas nas suas propriedades finais. Além disso, algumas análises e ensaios, tais como: fluorescência de raios X, perda ao fogo, carga de ruptura do material e absorção de água foram técnicas importantes para o apoio em todas as etapas do estudo.

## **2 OBJETIVOS**

O objetivo principal deste trabalho foi buscar o entendimento das variáveis, composição química, tempo e temperatura de sinterização, inerentes ao processamento dos porcelanatos, bem como avaliar a influência das mesmas nas suas propriedades finais.

### **2.1 Objetivos específicos**

- Avaliar as composições químicas das principais matérias-primas utilizadas para processar porcelanatos e entender a influência de cada uma delas no produto final;
- Formular diferentes massas cerâmicas para avaliar a influência da temperatura e tempo de sinterização;
- Entender o estabelecimento do balanço entre as variáveis buscando encontrar uma combinação específica entre as mesmas, a fim de se obter um produto final com características dentro do desejado.

### **3 JUSTIFICATIVA**

O estudo das propriedades dos materiais, bem como a análise de melhorias de processamento, permite o aperfeiçoamento dos mesmos, objetivando incrementar o desempenho deles. É de suma importância a discussão a respeito dos recursos disponíveis para aplicar a devida tecnologia e, assim, disponibilizar diferentes ferramentas que auxiliam no bem estar e que facilitam a sobrevivência.

As matérias-primas utilizadas na confecção de porcelanatos são recursos não renováveis (minerais não energéticos). Por ser um recurso não renovável é de suma importância estudar as variáveis que influenciam no processamento de tais produtos, uma vez que o desperdício deve ser evitado ao máximo. Além disso, o entendimento das variações das características do produto final permite o melhor aproveitamento dos recursos minerais citados, visando a melhoria das propriedades dos porcelanatos, aliada ao desenvolvimento sustentável.

## 4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1 História dos materiais cerâmicos

Muitas culturas, desde os primórdios, desenvolveram estilos próprios que, com o passar do tempo, consolidavam tendências e evoluíam no aprimoramento artístico. Estudiosos confirmam que a cerâmica é a mais antiga das indústrias. Ela nasceu no momento em que o homem começou a utilizar o barro endurecido pelo fogo. Esse processo de endurecimento, obtido casualmente, multiplicou-se e evoluiu até hoje. A cerâmica passou a substituir a pedra trabalhada, a madeira e mesmo as vasilhas feitas de frutos como o coco ou a casca de certas cucurbitáceas, como porungas, cabaças e catutos (ANFACER).

As primeiras cerâmicas para revestimento arquitetônico (Figura 1) surgiram por volta de 500 a.C., mas permaneceu por vários séculos como materiais de uso restrito devido ao alto custo. Existe registros de sociedades de 8000 a.C., aproximadamente, que transformaram intencionalmente a argila (inicialmente plástica), em um material com significativos valores de resistência, através da queima. Os avanços no setor foram introduzidos pelos ceramistas italianos por volta de 1950 pela transformação dos processos de fabricação (ABCERAM).

**Figura 1 – Grécia Antiga: cariátides no templo de Erecteion, Atenas**



Fonte: arquivo pessoal, 03/2013

No Brasil, a cerâmica marajoara (proveniente da Ilha de Marajó) aponta à avançada cultura indígena que floresceu na ilha. Estudos arqueológicos indicam a presença de uma

cerâmica mais simples criada na região amazônica por volta de cinco mil anos atrás (ABCERAM).

Com o progressivo desenvolvimento industrial, os revestimentos cerâmicos para utilização em paredes e pisos deixaram de ser privilégio dos recintos religiosos e dos palácios, tornando-se acessíveis a todas as classes sociais. Deixaram de figurar apenas em obras monumentais e passaram também para as fachadas dos pequenos sobrados comerciais e residenciais (ABCERAM).

#### **4.2 As cerâmicas da atualidade**

Os materiais cerâmicos podem ser divididos em grupos que levam em conta o tipo de utilização final. Essa divisão pode ser efetuada da seguinte forma: cerâmica estrutural ou cerâmica vermelha; cerâmica branca, cerâmica para revestimento; cerâmica refratária; isolantes térmicos; cimento; vidro; abrasivos e cerâmica avançada de alta tecnologia. Os materiais cerâmicos tradicionais são aqueles obtidos através de insumos abundantes na natureza, nomeados de matérias-primas. Alguns exemplos são: argilo-minerais e areia. Já os materiais cerâmicos avançados são compostos sintéticos de alta pureza, tais como carbetos de silício (SiC), alumina ( $Al_2O_3$ ), zircônia ( $ZrO_2$ ) e nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ). Geralmente tem composição bem definida e controle de tamanho e forma (PADILHA, 1997).

#### **4.3 Placas cerâmicas para revestimentos**

Segundo a NBR-13816 - Placas cerâmicas para revestimentos: terminologia, tais placas são materiais compostos de argila e outras matérias-primas inorgânicas, sendo conformados geralmente por extrusão ou por prensagem. Após a prensagem, as placas são secadas e sinterizadas. As placas cerâmicas podem ser:

- esmaltadas e não esmaltadas;
- grupos de absorção de água;
- aspecto superficial ou análise visual;
- classes de resistência à abrasão superficial;
- métodos de fabricação (extrudados, prensados, etc.);
- classe de resistência ao manchamento;
- classe de resistência ao ataque de agentes químicos.

A ABNT também classifica as placas cerâmicas para revestimento, segundo a norma NBR-13817, de acordo com a resistência à abrasão superficial, resistência ao manchamento e resistência ao ataque por agentes químicos.

O material de estudo do presente trabalho será o porcelanato não esmaltado, não polido e prensado.

#### 4.4 Definição e classificação das placas cerâmicas para revestimento

A classificação das placas cerâmicas, feita pela NBR 13818 - Placas cerâmicas para revestimentos: especificações e métodos de ensaios, é realizada em termos do parâmetro absorção de água, segundo a classificação BIa para placas cerâmicas obtidas por prensagem, a absorção de água deve ser  $\leq 0,5\%$ . A Tabela 1 apresenta a classificação dos revestimentos cerâmicos em função da absorção de água.

Entretanto, segundo a ANFACER, a correta especificação não deve ser baseada em uma única propriedade da placa cerâmica, mas sim em um conjunto de características técnicas que definem a sua utilização nos diferentes ambientes.

**Tabela 1 – Classificação dos revestimentos cerâmicos em função da absorção de água**

Tipologia do produto	Absorção de água (%)	Grupo de Absorção
Porcelanato	Até 0,5	BIa
Grês	Entre 0,5 e 3,0	BIb
Semi-grês	Entre 3,0 e 6,0	BIIa
Semi-poroso	Entre 6,0 e 10,0	BIIb
Poroso	Maior que 10,0	BIII

Fonte: ISO13006/NBR13818, 1997

#### 4.5 Principais matérias-primas dos porcelanatos

Diversas matérias-primas são utilizadas na manufatura de porcelanatos. As análises químicas dos porcelanatos indicam a presença dos seguintes constituintes: dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), óxido de

ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ), óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ), óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ), óxido de manganês ( $\text{MnO}$ ), pentóxido de fósforo ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ), óxido de lítio ( $\text{Li}_2\text{O}$ ) e dióxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ).

As principais matérias-primas constituídas dos diversos óxidos citados acima, em diferentes concentrações, são as seguintes:

#### **4.5.1 Feldspato**

Feldspato é o termo empregado para denominar um grupo de minerais constituídos de aluminossilicatos de sódio, cálcio e potássio. Os feldspatos comerciais de potássio devem conter, pelo menos, 10%  $\text{K}_2\text{O}$  e os de sódio 7%  $\text{Na}_2\text{O}$  (HARBEN, 2002).

O crescimento no consumo de feldspato está dominado pelas indústrias de revestimento cerâmico. Esse aumento pela demanda deve-se ao desenvolvimento do processo de produção de porcelanato que usa na massa cerâmica cerca de 60% de feldspato. Na indústria cerâmica, a quantidade de feldspato utilizada varia com o tipo de produto. A porcelana de mesa pode conter entre 17 e 20% de feldspato, cerâmica de piso entre 55 e 60%, revestimento de parede de zero a 11%, porcelana elétrica entre 25 e 35% (LUZ *et al.*, 2003).

O feldspato usado na indústria de cerâmica como fluxante, tem a função de formar uma fase vítrea no corpo, promovendo a vitrificação (HARBEN, 2002). O feldspato é representado por dois minerais: albita ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ), feldspato sódico, e ortoclásio ou microclínio. Os feldspatos sódicos são caracterizados por apresentar baixo ponto de fusão (em torno de  $1.170^\circ\text{C}$ ), bem como retração e fusibilidade dependentes da temperatura. A massa fundida do feldspato sódico tem viscosidade mais baixa. Por isso, na indústria cerâmica, o feldspato sódico é mais propenso à formação de peças empenadas ou deformadas (MOTTER, 2000).

Por outro lado, os feldspatos potássicos têm um ponto de fusão mais elevado (cerca de  $1500^\circ\text{C}$ ) e seu comportamento cerâmico se dá de forma mais progressiva. A massa fundida proveniente do feldspato potássico apresenta maior viscosidade e dessa forma os limites térmicos de trabalho são relativamente mais amplos (MOTTER, 2000).

#### **4.5.2 Areia**

Areia é um material com granulometria típica entre 0,1 e 0,5mm resultante de desagregação natural ou cominuição de rochas. Os termos areia industrial, areia de quartzo,

areia quartzosa ou mesmo areia de sílica são atribuídos geralmente a areias que apresentam alto teor de sílica, na forma de quartzo, e são materiais extremamente importantes na fabricação de vidros, na indústria de fundição, na indústria cerâmica, na fabricação de refratários e de cimento, na indústria química e de fertilizantes (FERREIRA, 1997).

As areias recebem suas denominações em função de suas aplicações na indústria, determinadas pelas suas características e propriedades, tais como teor de sílica, pureza, composição química, teor de óxidos de ferro, álcalis, matéria orgânica, perda ao fogo, umidade, distribuição granulométrica, forma dos grãos e teor de argila (AZEVEDO E RUIZ, 1990). As principais especificações químicas, para os diferentes usos da areia referem-se aos teores de:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{TiO}_2$  e  $\text{ZrO}_2$ . Quando se trata de usos específicos, os teores de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$  devem também ser considerados (FERREIRA E DAITX, 2000).

#### **4.5.3 Argila**

O termo argila é empregado para designar um material inorgânico natural, de granulometria fina, com partículas de poucos micrômetros, que apresenta comportamento plástico quando adicionada uma determinada quantidade de água. Do ponto de vista granulométrico, a fração argila corresponde ao conjunto de partículas inferiores a 2  $\mu\text{m}$  ou 4  $\mu\text{m}$ , segundo as escalas de Attemberg e Wentworth, respectivamente. As argilas são constituídas predominantemente de argilominerais e seus tipos mais comuns são formados de folhas tetraédricas (T) de silício e octaédricas (O) de alumínio. Constituem unidades estruturadas na proporção 1:1 (TO) ou 2:1 (TOT). Destacando-se os grupos da caulinita, illita e esmectita como os mais importantes ao uso cerâmico. Com as partículas de argilominerais ocorrem outros minerais, o mineral mais comum e abundante é o quartzo, seguido de micas, feldspatos e minerais opacos (CABRAL JUNIOR *et al.*, 2008)

As argilas para cerâmica vermelha ou estrutural têm como principal característica a cor avermelhada após a queima. Essa propriedade deve-se ao alto teor de óxido de ferro presente, geralmente superior a 4% (FACINCANI, 1992).

Além dos usos tradicionais das argilas vermelhas na indústria cerâmica estrutural, como matéria-prima para blocos, tijolos maciços, telhas, tubos e lajotas, esses materiais possuem outras aplicações, como fabricação de vasos ornamentais, utensílios domésticos, cimento, agregado leve e porcelanatos. Na formulação da massa, busca-se por meio da adição

de argila as seguintes funções tecnológicas: plasticidade, resistência mecânica à massa verde e crua, fusibilidade, drenagem e coloração das peças (ELZEA e MURRAY, 1995).

#### **4.5.4 Caulim**

É uma argila branca constituída, principalmente, de caulinita. Sua composição aproxima-se à da caulinita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), que corresponde, em bases teóricas, a 46,5%  $\text{SiO}_2$ ; 39,5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 14%  $\text{H}_2\text{O}$  (GRIN, 1968).

Os caulins são usados na fabricação de cerâmicas brancas, predominantemente, na produção de porcelanatos. Quando usado na preparação do corpo cerâmico tem a função de aumentar a refratariedade, podendo ainda conferir plasticidade à pasta. A pureza elevada faz os caulins queimarem na cor branca, entretanto, pequenas quantidades de ferro resultam a cor fracamente escura após a queima. Dentre as argilas plásticas, o caulim exibe menor plasticidade e resistência. Mas contém menor quantidade de matéria orgânica, facilitando assim o controle da queima, diminuindo a porosidade da peça. Tais propriedades fazem do caulim um substituto natural das argilas plásticas (LUZ e DAMASCENO, 1993).

#### **4.5.5 Bentonita**

O termo bentonita, segundo a literatura, foi pela primeira vez aplicado a um tipo de argila plástica e coloidal de uma rocha descoberta em Fort Benton, Wyoming-EUA. Embora, o termo bentonita se referisse à rocha argilosa, atualmente designa argila constituída principalmente do argilomineral montmorilonita. A montmorilonita faz parte do grupo esmectita, uma família de argilas com propriedades semelhantes (ELZEA e MURRAY, 1995).

A bentonita pode ser cálcica ou sódica, e apresenta uma característica física muito particular: expande várias vezes o seu volume, quando em contato com a água, formando géis tixotrópicos. Além disso, algumas bentonitas podem ser expansíveis em presença de água. Tanto o caráter plástico, como a natureza da bentonita e suas características, são fatores de grande relevância no estudo da incorporação desta matéria-prima em massas cerâmicas. A adição deste material pode otimizar as propriedades do produto final, desde que ocorra uma blendagem das matérias-primas (ELZEA e MURRAY, 1995).

As bentonitas caracterizam-se por apresentar partículas muito finas, alta capacidade de troca catiônica, elevada área superficial e inchamento quando em presença de água. Essas

características resultam em propriedades que determinam o seu uso industrial. Este tipo de argila pode ser utilizado como componente de fluidos utilizados para perfuração de poços de petróleo, aglomerante de areias de moldagem usadas em fundição, pelletização de minério de ferro, descoramento de óleos, clarificação de bebidas, impermeabilizante de solos, agente plastificante para produtos cerâmicos, composição de cimento, entre outros (OLIVEIRA, 2004).

#### **4.6 Sinterização**

A sinterização é um processo no qual o material, uma vez compactado, recebe tratamento térmico e a temperatura de processamento é menor que a sua temperatura de fusão. Este processo cria uma alteração na estrutura microscópica do elemento base. Isto ocorre devido a um ou mais métodos chamados “*mecanismos de transporte*”, estes podem ser consecutivos ou concorrentes cuja finalidade é obter uma peça sólida coerente. Durante o processo, ocorrem várias reações no estado sólido do elemento que são ativadas termicamente. Algumas podem ocorrer espontaneamente quando a base atinge uma temperatura determinada (EXNER, 1979).

Existem, principalmente, dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. Estes dois tipos são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura, sendo que com o primeiro tipo é possível se obter uma estrutura com porosidade controlada, enquanto que o fechamento total da porosidade é mais facilmente obtido através da sinterização por fase líquida (SILVA e ALVES JUNIOR, 1998).

Na sinterização por fase sólida, o material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso, por difusão atômica ou por transporte de vapor. Em todos estes casos, o material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas. Outras formas de transporte, até mais eficientes do que estas citadas, devem ser consideradas pois envolvem deslocamento de partículas inteiras, como deslizamento e rotação de partículas, e não deslocamento de átomos individuais. Sejam quais forem os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são conseguidas pelo aumento da área de contato entre as partículas e o melhor empacotamento de matéria (SILVA e ALVES JUNIOR, 1998).

A sinterização por fase líquida acontece devido à formação de líquido na estrutura. Este líquido pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema. A formação deste líquido tem papel decisivo no aspecto final da estrutura sinterizada. A sinterização com fase líquida é um modo muito utilizado em materiais dificilmente sinterizáveis por fase sólida e para a obtenção de materiais compósitos (SILVA e ALVES JUNIOR, 1998).

#### ***4.6.1 Sinterização dos porcelanatos***

A sinterização do porcelanato ocorre em presença de fase líquida viscosa. Este processo de densificação contribui para a baixa porosidade final das peças e confere-lhe, principalmente, a baixa absorção de água (HECK, 1996). Sabe-se que a massa de porcelanato é rica em fundentes e este fato somado à temperatura de sinterização, promove a formação de fase líquida viscosa e é isso que favorece a eliminação da maioria dos poros presentes e, conseqüentemente, a densificação do produto final. Como resultado, uma maior retração linear é obtida devido à ação da força de capilaridade nos poros da peça sobre a fase líquida (GIBERTONI *et al.*, 2004).

Para que a peça apresente uma sinterização adequada é preciso desenvolver fase líquida suficiente com viscosidade apropriada para alcançar a porosidade desejada e a variação da quantidade de fase líquida e sua viscosidade deve ser gradual com a temperatura, para que as alterações de retração linear e a absorção de água também o sejam (HECK, 1996).

As indústrias de processamento vêm nos últimos anos reduzindo o tempo de sinterização e realizando um maior controle na temperatura de queima. Como consequência disso, houve redução nos custos e grande aumento de produtividade (MAGALHÃES *et al.*, 2014).

A sinterização do porcelanato é realizada utilizando ciclos de queima rápida, sendo que esses ciclos devem obedecer um intervalo de tempo total de no máximo 60 minutos, com intervalo de temperatura máxima variando entre 1250 e 1260°C (HECK, 1996). Na literatura, são encontrados outros valores de intervalo de tempo total de 50 a 70 minutos e ciclos de temperaturas da ordem de 1200 a 1230°C (OLIVEIRA, 1998). Esses conjuntos de valores são tidos como prática usual na indústria.

Uma importante consideração a respeito dos tempos de sinterização dos porcelanatos se relaciona ao fato de que eles, quando tem maior duração, de maneira geral, favorecem a

diminuição das temperaturas necessárias para se obter as propriedades mais importantes desejadas nos porcelanatos. Mudanças nas condições de queima podem acarretar significativamente em mudanças na densidade e, conseqüentemente, na característica dos poros fechados dos porcelanatos. Além disso, ciclos de sinterização significativamente curtos podem acarretar na produção de grande volume de poros fechados nos porcelanatos, mesmo que a absorção de água por parte desses materiais seja muito próxima de zero. Desta forma, podem ser ocasionados problemas de manchamento em produtos polidos e até problemas relacionados ao desempenho mecânico dos mesmos (MAGALHÃES *et al.*, 2014).

Dondi *et al.* (2003) estudaram as transformações de fases durante sinterização de peças de grês porcelanato. As massas foram formuladas com 40 a 50 % de argilas do tipo *ball clays*, 30 a 40 % de feldspatos alcalinos e 10 a 15 % de areia quartzosa. De modo geral, os autores observaram que ocorreu a decomposição de argilominerais, fusão parcial da composição feldspatos-quartzo, formação e solução/precipitação de mullita e progressiva dissolução do quartzo na fase líquida em ausência de feldspatos.

Segundo Dondi *et al.* (2003), os seguintes mecanismos são ativos durante a sinterização do grês porcelanato: difusão superficial, responsável pela forte redução de área específica com retração desprezível no estágio inicial; fluxo viscoso, responsável pela ocorrência de densificação, principalmente no intervalo de 1050 a 1200°C; crescimento de poro, contrastando a diminuição da taxa de sinterização no estágio final (> 1175°C) e resultando em inchamento por sinterização prolongada.

Vale ressaltar que, de acordo com Dondi *et al.* (2003) durante a sinterização, a densificação aumenta progressivamente no intervalo de 1050 a 1200 °C, a fusão de eutéticos de feldspato – quartzo ocorre a 900°C e que uma grande massa de fase líquida viscosa está presente em 1000 °C, entretanto a retração não é proporcional à quantidade de fase líquida. Diante dessas afirmações, pode-se sugerir que a densificação depende da viscosidade da fase líquida e que mudanças limitadas na composição das massas e tempo sinterização, pode afetar a temperatura de queima. Uma vez que a taxa de sinterização é muito rápida acima de 70 – 80% de remoção de poro, com retração volumétrica variando de 2 – 5% por minuto em uma temperatura de 1200°C.

De acordo com Sanchez *et al.* (2001), durante a sinterização do grês porcelanato, ocorre também dissolução parcial do quartzo na fase líquida. Mas esta dissolução pode ser limitada devido ao rápido ciclo de queima ser de, no máximo, 60 minutos. Outro fator que

pode ocorrer durante a queima é o inchamento dos poros. O inchamento pode ser responsável pelo crescimento do poro e pela diminuição da taxa de densificação no estágio final da sinterização.

Segundo Pinheiro (2009), os corpos cerâmicos prensados apresentaram, após secagem em 110°C, retração linear, massa específica aparente e tensão de ruptura a flexão dentro dos valores recomendados para produção industrial de revestimentos cerâmicos. Além disso, os corpos cerâmicos apresentaram a desidroxilação da caulinita, formação de mullita primária e formação de fase vítrea, que tem papel importante na densificação dos corpos cerâmicos.

## **4.7 Propriedades relevantes no estudo dos porcelanatos**

### ***4.7.1 Retração volumétrica***

A água utilizada na etapa de conformação é denominada água de conformação. Esta água pode ser dividida em dois tipos: o primeiro tipo é denominado de água intersticial. Este tipo de água está relacionada com a água necessária para preencher os poros das partículas. O segundo tipo é denominado de água livre ou água de plasticidade. Essa água localiza-se entre as partículas, separando-as e facilitando a trabalhabilidade no processo de conformação. É este último tipo de água que é responsável pela retração das peças (BARBA *et. al.*, 2002).

A retração é uma variação das dimensões lineares, em porcentagem, de um corpo de prova que passou por um processo de sinterização. Nessa etapa do processo de fabricação dos revestimentos cerâmicos, há um aumento da densidade das partículas causada pela eliminação ou redução dos poros. A retração linear de queima está relacionada com a temperatura e o tempo de queima, uma vez que o aumento da densidade ocorre pela formação de fase líquida, assim como por difusão de átomos no estado sólido. Desse modo, a retração linear irá depender de alguns parâmetros importantes de queima, como temperatura e tempo de residência no forno (SANTOS, 2009).

### ***4.7.2 Tonalidade***

Uma importante propriedade do porcelanato é sua tonalidade. No ambiente fabril, é ideal que ocorra a menor variação de tonalidade dos produtos possível com o decorrer dos meses de produção. Os fatores que afetam na variação de tonalidade são diversos, mas principalmente estão relacionados aos parâmetros da sinterização (temperatura, tempo e

posição dentro do forno) e à composição química das matérias-primas. Através da análise superficial das peças, além da variação de tonalidade, é possível avaliar visualmente a presença dos principais defeitos no produto, tais como rachaduras, depressões, crateras, bolhas, furos, pintas, manchas, saliências e incrustações de corpos estranhos.

#### **4.7.3 Absorção de água**

A absorção de água não só do porcelanato, mas também dos outros materiais cerâmicos pode ser relacionada à sua resistência mecânica. Isso porque quanto maior a absorção mais espaço há entre as partículas para que a água consiga penetrar. Sabe-se que os porcelanatos apresentam absorção de água inferior a 0,5% (Tabela 1), portanto eles apresentam volume de poros muito pequeno e têm grande habilidade em responder a esforços de compressão e flexão.

#### **4.7.4 Resistência à flexão e carga de ruptura**

A resistência à ruptura pode ser medida pelo módulo de resistência à flexão ( $\text{N/mm}^2$  ou  $\text{Kgf/cm}^2$ ), que é a resistência própria do material, ou pela carga de ruptura ( $\text{N}$  ou  $\text{Kgf}$ ), a qual depende do material (quanto menor a porosidade, maior a resistência à compressão) e da espessura da peça. A resistência à flexão do porcelanato é um importante parâmetro de estudo, uma vez que ela representa a resistência mecânica do material, que tem grande importância ao longo da sua vida útil. A Tabela 2 mostra a relação entre absorção e resistência à ruptura (ANFACER, 2002).

**Tabela 2 - Relação entre absorção e resistência à ruptura**

Nomenclatura usual	Grupo ISSO	Absorção de água	Carga de ruptura (Kgf)	Módulo de resistência à flexão ( $\text{N/mm}^2$ )
Porcelanato	BIa	0 a 0,5%	$\geq 130$	$\geq 35$
Grés	BIb	0,5 a 3%	$\geq 110$	$\geq 30$
Semi-Grés	BIIa	3 a 6%	$\geq 100$	$\geq 22$
Semi-Poroso	BIIb	6 a 10%	$\geq 80$	$\geq 18$
Poroso	BIII	10 a 20%	$\geq 60$	$\geq 15$
Azulejo	BIII	10 a 20%	$\geq 40$	$\geq 15$
Azulejo Fino	BIII	10 a 20%	$\geq 20$	$\geq 15$

Fonte: ANFACER, 2002

#### 4.8 Principais ensaios efetuados nos porcelanatos

No âmbito analítico da influência dos parâmetros de processamento nas propriedades finais dos porcelanatos, vale ressaltar a importância dos principais ensaios no estudo de tais materiais determinados pela Associação Brasileira de Normas Técnicas, através da NBR 13818 – Placas cerâmicas para revestimento – Especificações e métodos de ensaios. Tais ensaios são:

- Análise visual do aspecto superficial;
- Determinação da absorção de água;
- Determinação da carga de ruptura e módulo de resistência à flexão;
- Determinação da resistência à abrasão superficial;
- Determinação da resistência à abrasão profunda;
- Determinação da resistência ao gretamento;
- Determinação da resistência ao manchamento;
- Determinação da resistência ao ataque químico;
- Determinação da expansão por umidade;
- Determinação do coeficiente de dilatação térmica;
- Determinação da resistência ao choque térmico;
- Determinação da resistência ao congelamento;
- Determinação do coeficiente de atrito;
- Determinação da resistência ao impacto;
- Determinação da diferença de tonalidade;
- Determinação das dimensões, da retitude dos lados, da ortogonalidade dos lados, da curvatura central, da curvatura lateral e do empeno;
- Procedimentos de amostragem e critérios de aceitação e rejeição;
- Determinação da dureza segundo a escala Mohs;
- Cálculos de desvios dimensionais.

Muitas são as variáveis que influenciam nas propriedades finais do produto cerâmico. Entretanto, neste trabalho considerou-se o estudo da temperatura e tempo de sinterização e composição química.

## 4.9 Métodos utilizados na análise química dos porcelanatos

### 4.9.1 Espectrometria de fluorescência de raios X

Os testes realizados através da espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) podem apresentar objetivos diferentes: quantitativos ou qualitativos. Resumidamente, o material que está sendo analisado pode ser excitado por partículas diversas (íons, elétrons, etc.) que farão com que tais materiais imitam raios X característicos. Assim, o método de espectrometria de fluorescência de raios X se baseará na estipulação dimensional de quão intensos são tais raios emitidos pelos constituintes do material (MELO JÚNIOR, 2007).

O método de fluorescência por raios X tem fundamento na produção e detecção de raios X, que são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda entre 0,003 e 3nm, emitidos pelos elementos químicos presentes no material analisado. A radiação eletromagnética que incide em tal material apresenta diversas interações, podendo ocasionar emissão, absorção e espalhamento de radiação eletromagnética (SKOOG *et. al.*, 2009).

Desta maneira, o método apresentado é capaz de identificar os elementos presentes em cada matéria-prima utilizada no processamento dos porcelanatos, podendo servir de análise comparativa quanto à variação da composição química de cada amostra estudada. A Figura 2 apresenta um equipamento típico utilizado neste teste.

**Figura 2 - Espectrômetro de fluorescência de raios X por energia dispersiva**



Fonte: [http://www.shimadzu.com.br/analitica/produtos/elemental/raios\\_x/](http://www.shimadzu.com.br/analitica/produtos/elemental/raios_x/)  
Acesso em 18/05/15

#### ***4.9.2 Espectrometria de absorção atômica***

A técnica analítica da espectrometria de absorção atômica baseia-se na medição realizada por átomos gasosos que devem estar em seus estados fundamentais da absorção de radiação específica. Sabe-se que no início do ensaio os átomos são impulsionados a estados excitados e como a frequência da radiação absorvida por eles é característica intrínseca do elemento químico, verifica-se a alta confiabilidade da técnica. Estipula-se um volume específico e desta maneira o número de átomos livres de tal elemento químico será proporcional à intensidade da absorção de radiação. A técnica de atomização eletrotérmica mais difundida é a Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite (WELZ e SPERLING, 1999).

## 5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 5.1 Materiais utilizados

#### 5.1.1 Matérias-primas

As matérias-primas que foram utilizadas na produção dos corpos de prova de porcelanato estão apresentadas na Tabela 3. Usou-se um tipo de areia, cinco tipos de argila, um tipo de bentonita, dois tipos de caulim e dois tipos de feldspato. As matérias-primas foram cedidas pela empresa Cecrisa Revestimentos Cerâmicos.

**Tabela 3 – Matérias-primas utilizadas na confecção dos porcelanatos**

Tipo de matéria-prima	Variedades da matéria-prima
Areia	Areia 1
Argila	Argila 1 (plástica)
	Argila 2 (plástica)
	Argila 3 (porosa)
	Argila 4 (arenosa)
	Argila 5 (plástica)
Bentonita	Bentonita 1
Caulim	Caulim 1
	Caulim 2
Feldspato	Feldspato 1
	Feldspato 2

Fonte: Próprio autor

#### 5.1.2 Aditivos

Foram utilizados para a confecção dos corpos de prova, os seguintes aditivos: pentóxido de fósforo, silicato de sódio e óxido de zircônio Ultrox Zircosil (fornecido pela empresa Endeka). Os aditivos também foram cedidos pela empresa Cecrisa Revestimentos Cerâmicos.

## 5.2 Análise química dos materiais

A determinação do teor de  $\text{LiO}_2$  foi realizada através do ensaio de espectrometria de absorção atômica e as análises químicas de todos os outros insumos foram feitas por espectrometria de fluorescência de raios X. Tais análises foram realizadas pelo Laboratório de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais (LDCM), localizado no Centro de Tecnologia em Materiais do SENAI de Criciúma, Santa Catarina.

## 5.3 Produção dos corpos de provas

Primeiramente, as matérias-primas utilizadas na preparação das amostras foram quarteadas e desagregadas com uso de soquete. Posteriormente, as mesmas foram quarteadas e separadas em alíquotas de 400g. Assim, foram cominuídas a úmido em moinhos de bolas chamados “periquitos” (Figura 3), preenchidos por esferas de alumina. A moagem foi realizada em batelada utilizando 400g da composição (areia, argila, bentonita, caulim, feldspato e aditivos, de acordo as proporções detalhada na Tabela 4), 160g de água e 1,2kg de bolas, durante 10 minutos numa rotação do gira moinho de 50rpm. Após a moagem, eram retiradas as bolas e a massa composta pelos insumos era secada em estufa a  $140^\circ\text{C}$  durante 4 horas.

**Figura 3 – Imagem do equipamento semelhante ao usado na moagem e jarros “periquitos”**



Fonte: <http://www.scielo.br/img/revistas/ac/v13n1/a02fig03.jpg>  
Acesso em 13/05/15

Para produzir os corpos de prova, a massa seca era cominuída novamente em moinhos de bolas a seco, utilizando o mesmo moinho com a mesma proporção de bolas de alumina,

nas mesmas condições estipuladas para a moagem a úmido. Após a moagem a seco, a massa era pesada e adicionava-se 7,5% de água à mesma para adequar o teor de umidade, de acordo com as normas internas da empresa. Cada corpo de prova foi produzido utilizando-se 80g da massa úmida obtida anteriormente, pelo método de prensagem convencional, apresentando dimensões de 100x50x10mm. Vale ressaltar que a porcentagem de cada material utilizado foi definido de acordo com os objetivos buscados pela empresa doadora dos materiais. O corpo de prova padrão (PA), normatizado pela empresa, foi utilizado para efeito de comparação.

**Tabela 4 – Percentual de cada matéria-prima utilizada na produção dos dez diferentes tipos de corpos de prova**

	PA	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Aditivo	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62	0,62
Areia 1	3,38	4,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,50	3,00	3,50	3,00
Argila 1	10,00	4,00	10,00	10,80	15,80	18,80	10,00	18,00	25,00	20,00
Argila 2	0,00	0,00	8,00	8,00	8,00	0,00	4,00	0,00	0,00	0,00
Argila 3	12,00	6,00	6,00	6,00	0,00	0,00	5,00	6,00	0,00	0,00
Argila 4	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
Argila 5	0,00	0,00	5,00	5,00	6,00	10,00	4,00	5,00	4,00	0,00
Bentonita 1	2,00	3,00	4,00	4,00	4,00	5,00	3,50	3,50	3,50	3,50
Caulim 1	15,00	23,00	15,00	15,00	15,00	15,00	17,00	6,00	10,00	0,00
Caulim 2	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	12,00	0,00	12,00
Feldspato 1	4,00	4,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,50	3,00	3,50	3,00
Feldspato 2	51,72	54,10	44,48	44,08	44,08	44,08	47,60	41,60	48,60	46,60
Silicato de Sódio	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Ultrox Zircosil	0,78	0,78	0,40	0,00	0,00	0,00	0,78	0,78	0,78	0,78

Fonte: Próprio autor.

#### 5.4 Cálculo teórico da perda ao fogo

Para efetuar os cálculos de perda ao fogo teórico da massa utilizada para a produção dos corpos de prova, multiplica-se o valor de perda ao fogo obtido pela análise química de cada insumo, pela sua concentração utilizada em cada corpo de prova e somam-se os resultados referentes a todos os insumos utilizados em cada amostra.

### 5.5 Cálculo do teor de óxido de ferro em cada tipo de amostra

De maneira análoga ao cálculo da perda ao fogo, realizaram-se os cálculos para os teores de óxido de ferro. A partir dos valores percentuais de óxido de ferro presente em cada insumo foram realizados os cálculos objetivando encontrar os valores percentuais de tal óxido presente em cada um dos tipos de corpos de prova.

### 5.6 Carga de ruptura e resistência a flexão

Os ensaios de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão, antes do processo de sinterização, foram realizados de acordo com a Norma da ABNT 13818/1997 - Placas cerâmicas para revestimentos: especificações e métodos de ensaios. Para realizar o ensaio, utiliza-se apoios fixos nas extremidades da amostra e um apoio móvel ao centro e o cálculo da carga de ruptura é realizado através da Equação 1. Além disso, também é realizado o cálculo do módulo de resistência à flexão, de acordo com a Equação 2.

$$CR=(F \cdot L)/b \quad (1)$$

Sendo: CR, a carga de ruptura, em newtons;

F, a força de ruptura, em newtons;

L, a distância entre as barras de apoio, em milímetros;

b, a largura da amostra ao longo da ruptura após o ensaio, em milímetros.

$$MRF=(3F \cdot L)/(2b \cdot e_{\text{mín}}^2) \quad (2)$$

Sendo: MRF, o módulo de resistência à flexão, em megapascal;

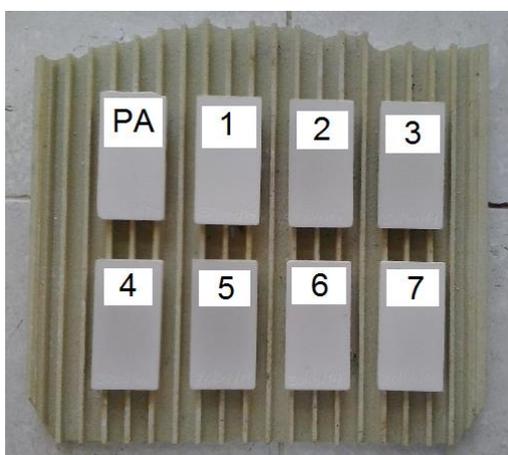
$e_{\text{mín}}$ , a espessura mínima da amostra, em milímetros.

Cada tipo de corpo de prova a verde foi ensaiado três vezes e foi definido o valor médio. Os ensaios via úmida foram realizados logo após a prensagem. Já os ensaios via seca foram feitos com os corpos de prova submetidos, após a prensagem, à estufa com temperatura de 140°C, durante 90min. A finalidade desses ensaios é verificar se os corpos de prova apresentam valores mínimos (estipulados e normatizados pela Cecrisa) para as peças a verde.

## 5.7 Sinterização

Para realizar a sinterização, os corpos de prova foram colocados por cima de uma placa refratária a fim de evitar o movimento e queda dos mesmos (Figura 4). De acordo com as definições específicas das normas internas da empresa cedente das matérias-primas, variou-se a temperatura (1232,5; 1245,0 e 1246,5°C) e o tempo (45; 46; 48 e 60min) de sinterização manipulando-se o forno. Ressaltando que os valores da variação de temperatura e tempo foram estipulados de acordo com os padrões utilizados pela Cecrisa Revestimentos Cerâmicos.

**Figura 4 – Exemplo das amostras em placa refratária logo antes de sinterizar**



Fonte: Próprio autor

## 5.8 Absorção de água

A absorção de água, após sinterização, foi medida de acordo com a norma C373-72 (ASTM, 1989). O procedimento consistiu em: secagem dos corpos cerâmicos sinterizados em estufa a 110°C por um período suficiente para a obtenção de peso constante, resfriamento em dessecador, pesagem dos corpos cerâmicos secos e imersão num recipiente contendo água. A água foi aquecida e mantida em ebulição pelo período de duas horas. Após eliminação do excesso de água superficial com um pano umedecido, os corpos cerâmicos foram pesados, e a absorção de água (AA) foi determinada pela Equação 2, a seguir.

$$AA = [(MU - MS)/MS] \cdot 100 \quad (3)$$

Sendo: MU, a massa em gramas do corpo cerâmico saturado com água;

MS, a massa em gramas do corpo cerâmico seco.

## 5.9 Tonalidade

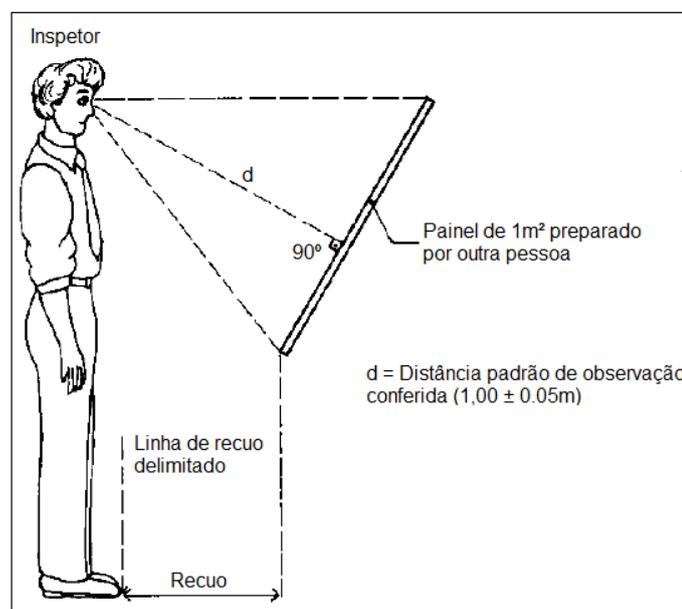
O ensaio da avaliação da tonalidade, após sinterização, foi regido pela “NBR 13818”, através do estabelecimento de regras para a avaliação visual de painéis montados no chão (Figura 5). Além da análise de tais painéis no chão, também é possível avaliar características superficiais a partir da análise por painéis inclinados sobre bancada, como mostra a Figura 6.

**Figura 5 – Painel de porcelanatos montado sobre o chão**



Fonte: arquivo pessoal, 06/2014

**Figura 6 – Procedimento padrão de observação de painéis**



Fonte: NBR 13818: Placas cerâmicas para revestimento: Especificação e métodos de ensaios

### 5.10 Retração volumétrica

A retração volumétrica foi realizada de acordo com a norma NBR 13818, de acordo com a seguinte expressão:

$$R = [(L_s - L_q)/L_s] \cdot 100 \quad (4)$$

Sendo:

- $L_s$ , o comprimento do corpo cerâmico seco;
- $L_q$ , o comprimento do corpo cerâmico sinterizado.

### 5.11 Resistência à flexão

Os ensaios de resistência à flexão (R.F) após sinterização foram realizados no equipamento de modelo Emic DL30000N, célula Trd 26, de extensômetro Trd 10, de acordo com a NBR 13279 (2) – Método para determinação da resistência à tração na flexão em argamassa, no Laboratório de Solos do Departamento de Engenharia de Transportes CEFET/MG. A seleção dos corpos de prova para o ensaio foi realizada de acordo com os resultados obtidos na análise de tonalidade (item 5.9), ou seja, foram selecionados os corpos de provas que apresentaram menos defeitos superficiais. Apenas para título de comparação entre os parâmetros de sinterização, não foi necessário realizar tal ensaio com todos os tipos de corpos de prova. A Tabela 5 apresenta os mesmos utilizados no ensaio.

**Tabela 5 – Identificação dos corpos de prova utilizados no ensaio**

Corpo de prova	Tipo de amostra	Tempo de sinterização (min)	Temperatura de sinterização (°C)
A	7	45	1245,0
B	7	46	1245,0
C	7	60	1232,5
D	7	60	1246,5
E	8	60	1232,5
F	8	60	1246,5
G	9	48	1232,5
H	9	60	1232,5

Fonte: Próprio autor

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 6.1 Análises químicas dos materiais

Os resultados das análises químicas estão apresentados na Tabela 6 e 7. Observa-se na Tabela 6 que existe uma variação na composição da argila 4, principalmente com relação à composição do  $\text{SiO}_2$  (76,31%) e do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (15,45%), isto provavelmente se deve ao fato dessa argila ser proveniente de uma outra fonte ou até mesmo devido ao fato de ocorrer uma variação composicional dentro da própria mina. Vale ressaltar que a soma dos teores de óxido equivale a 100% adicionando-se os respectivos valores de perda ao fogo (apresentados nas Tabelas 8 e 9). Também podem estar presentes outros óxidos com concentrações praticamente irrelevantes, da ordem de 0,10%.

**Tabela 6 – Percentual em peso de óxidos presentes nas matérias-primas**

Matéria- prima	Óxidos										
	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{MnO}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{Li}_2\text{O}$
Areia 1	75,84	15,80	2,26	3,43	0,34	<0,05	0,34	<0,05	0,06	0,06	1,38
Argila 1	67,27	21,34	0,22	<0,05	0,97	1,08	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	0,0
Argila 2	67,37	22,48	1,15	0,15	0,52	0,53	0,03	0,52	0,01	0,14	0,0
Argila 3	61,22	25,15	0,62	0,16	1,22	1,64	0,08	0,14	<0,05	<0,05	0,0
Argila 4	76,31	15,45	0,57	0,24	0,79	0,67	0,23	0,12	<0,05	<0,05	0,0
Argila 5	68,47	19,88	0,29	0,13	1,17	1,87	0,13	0,07	<0,05	<0,05	0,0
Bentonita 1	66,27	14,77	0,54	0,56	2,29	0,36	1,73	3,38	0,11	0,0	0,0
Caulim 1	67,98	22,27	0,46	0,15	0,71	0,34	0,05	<0,05	<0,05	<0,05	0,0
Caulim 2	70,88	20,19	0,07	<0,05	0,54	0,38	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	0,0
Feldspato 1	62,24	21,24	12,36	1,80	0,10	<0,05	<0,05	<0,05	<0,05	0,55	0,0
Feldspato 2	75,05	15,73	1,05	5,57	0,20	0,08	1,26	0,24	<0,05	<0,05	0,0

Fonte: Próprio autor

**Tabela 7 – Percentual em peso de óxidos presentes nos outros materiais usados**

Material	Óxidos											
	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{MnO}$	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{Li}_2\text{O}$	$\text{ZrO}_2$
Aditivo	1,40	1,90	0,0	8,10	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	10,90	0,0	0,0
Silicato de Sódio	32,50	0,0	0,0	15,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ultrox Zircosil	32,73	0,70	0,0	0,0	0,08	0,10	0,0	0,0	0,0	0,08	0,0	65,43

Fonte: Próprio autor

A Associação Brasileira de Cerâmica (ABCERAM) apresenta a argila como podendo ser um material constituído essencialmente pelo argilomineral caulinita, sendo estas argilas mais refratárias, pois contém essencialmente sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), enquanto que os outros tipos de argila, devido à presença de potássio, ferro e outros elementos, têm a refratariedade sensivelmente reduzida. Em outras palavras, as características da argila dependem diretamente das proporções dos óxidos que as constituem.

Essa diferença nas composições das matérias-primas que compõem a massas pode gerar super-queima nas peças, quando sinterizadas a temperaturas mais elevadas e, até a deformação pirolástica, devido aos minerais contendo cálcio, magnésio e ferro tornarem a massa mais sensível a esses dois fenômenos (SANCHEZ, 1996).

Em altas temperaturas o óxido de zircônio reage com o óxido de silício e resulta em precipitações de partículas opacificantes de zircônio, que contribuem com o clareamento do produto cerâmico final (MEISSEN, 1997). O Ultrox (insumo com alto teor de óxido de zircônio) apesar de ter a habilidade em clarear o porcelanato, possui alto valor agregado, característica que limita seu uso em grande escala industrial.

As Tabelas 8 e 9 mostram os valores de perda ao fogo (P.F.) de todos os insumos utilizados. É importante analisar os valores de perda ao fogo de cada insumo, pois esses resultados ajudam especificar a quantidade de cada matéria-prima utilizada. Dessa forma, pode-se processar os corpos de prova sem que ocorra uma variação significativa da massa após a sinterização, o que pode acarretar em variações dimensionais muito elevadas.

A diferença na perda ao fogo entre as argilas pode ser explicada pelo fato da presença de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (21,34%, 22,48%, 25,15%, 15, 45% e 19,88%, respectivamente para as argilas 1, 2, 3, 4 e 5), ou seja, quanto maior o teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (na forma de octaedros de alumina), maior é a perda ao fogo. Outro fator que pode ocasionar a perda de massa é a combustão de matéria orgânica (PINHEIRO e HOLANDA, 2008).

O valor elevado de perda ao fogo da bentonita está relacionado ao fato de ela ser expansiva (ELZEA e MURRAY, 1995).

A baixa perda ao fogo da areia 1 pode ser devido ao alto teor de  $\text{SiO}_2$ , que provavelmente está na forma de quartzo. Com relação ao feldspato, a perda ao fogo também é pequena, isso é explicado pelo fato deles serem composto principalmente por  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}$  e  $\text{SiO}_2$  (este último na forma de tetraedro de silício) (RIELLA *et. al.*, 2002).

Os valores de perda ao fogo do caulim (7,99% e 7,89%, respectivamente para o caulim 1 e 2) são muito próximos. Essa perda ao fogo do caulim se deve provavelmente à presença da fase caulinita, uma vez que sua estrutura tem a habilidade em absorver água (PINHEIRO e HOLANDA, 2008).

**Tabela 8 – Valores de perda ao fogo das matérias-primas**

Matéria-prima	P.F. (em %)
Areia 1	0,40
Argila 1	9,03
Argila 2	7,09
Argila 3	9,71
Argila 4	5,58
Argila 5	7,92
Bentonita 1	9,84
Caulim 1	7,99
Caulim 2	7,89
Feldspato 1	1,38
Feldspato 2	0,94

Fonte: Próprio autor

**Tabela 9 – Valores de perda ao fogo dos outros materiais usados**

Material	P. F. (em %)
Aditivo	36,60
Silicato de Sódio	52,50
Ultrox Zircosil	0,50

Fonte: Próprio autor

## 6.2 Cálculo teórico da perda ao fogo

Os resultados de perda ao fogo teórica para 1100°C estão apresentados na Tabela 10. Observa-se que não ocorre uma grande variação na perda ao fogo para os corpos de prova 1 a 9. Além disso, esses valores estão coerentes com os valores obtidos pela amostra padrão (PA).

A importância desse cálculo está relacionada à retração da peça, uma vez que essa propriedade pode ser diretamente relacionada à perda ao fogo das matérias-primas utilizadas na confecção do produto. Quanto maior a perda ao fogo, maior é a perda de massa da peça após a sinterização, fato associado à retração, exceto quando o material se expande. Além disso, esses valores correspondem à perda ao fogo final da peça, considerando um erro de 0,5%. Desta maneira, a diferença entre os valores encontrados é bastante pequena.

**Tabela 10 – Valores de perda ao fogo teórica para os diferentes tipos de amostras**

Amostra	P. F. (%)
PA	4,51
1	4,15
2	5,00
3	5,07
4	5,02
5	5,14
6	4,69
7	5,31
8	4,73
9	4,64

Fonte: Próprio autor

### 6.3 Cálculo do teor de óxido de ferro e análise da tonalidade

Os resultados dos cálculos estão apresentados na Tabela 11. Observa-se que ocorre uma variação no teor de óxido de ferro para corpos de prova 1, 2, 3, 4, 5, 6 e PA. Como as amostras de porcelanatos possuem coloração cinzenta e a variação de tonalidade é pequena, apresentar apenas as fotografias das peças não é uma ferramenta interessante, pois não é possível observar tal variação através de imagens digitalizadas. Desta forma, construiu-se uma escala de cinzas de caráter ilustrativo (Figura 7) para representar a diferença de tonalidade entre algumas amostras ordenadas da mais clara para a mais escura. Todas as amostras foram processadas e sinterizadas nas mesmas condições, a fim de que a análise comparativa seja válida.

Essa variação, mesmo que pequena, pode afetar a tonalidade. Sabe-se que o desafio na produção do porcelanato é manter a homogeneidade do lote e atender às especificações, por isso é de fundamental importância evitar variações de tonalidade (HECK, 1996).

O óxido de ferro presente nas argilas é uma variável que afeta diretamente a tonalidade do produto final (SHARMA, 1990). Logo, a variação de concentração de óxido de ferro não tem grande importância quando se processa materiais de tonalidade escura. Entretanto, para linhas de porcelanatos claros, tal variação de tonalidade pode ser um fenômeno preocupante.

A variação de óxido de ferro no feldspato também pode influenciar na tonalidade final, uma vez que tal insumo é o principal constituinte dos porcelanatos. Observa-se que os dois tipos de feldspatos utilizados possuem teores diferentes de óxidos de ferro (0,10 e 0,20%), valores estes que podem influenciar na variação de tonalidade, de acordo com o percentual de cada um deles usado na preparação das amostras.

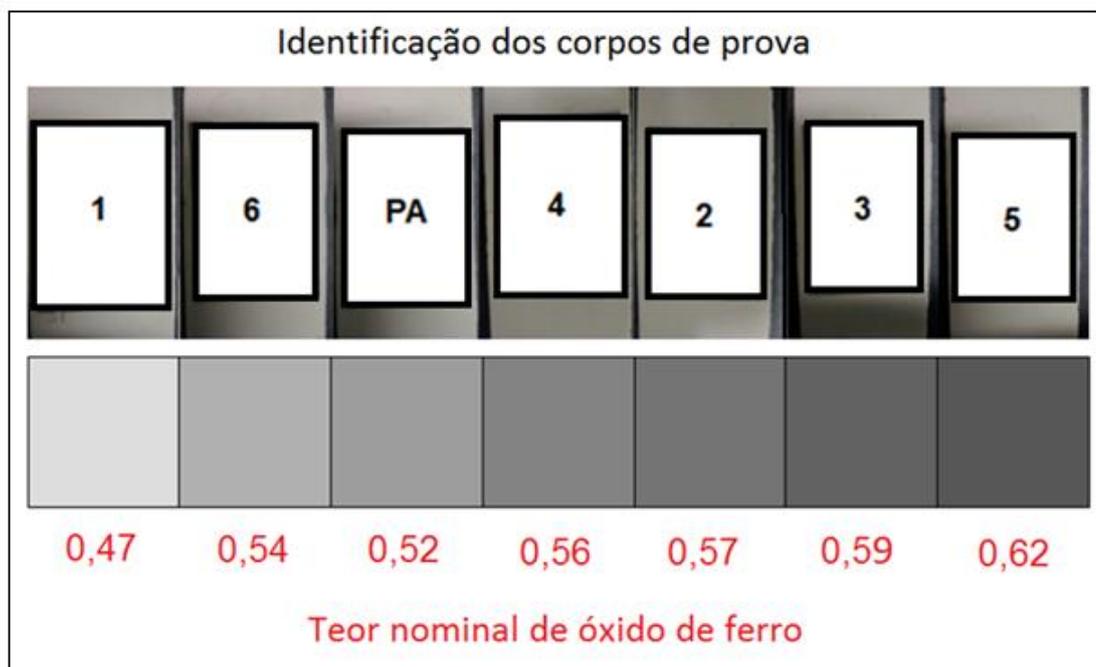
Analisando comparativamente a tonalidade dos corpos de prova 1 e 5, com o percentual de óxido de ferro de 0,47 para o corpo de prova 1 e 0,62 para o corpo de prova 5, verificou-se a tendência de escurecimento das peças, comprovando que o óxido de ferro contribui com o escurecimento das amostras após a sinterização.

**Tabela 11 – Percentual de óxido de ferro em cada tipo de amostra**

Amostra	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
PA	0,52
1	0,47
2	0,57
3	0,59
4	0,56
5	0,62
6	0,54
7	0,59
8	0,54
9	0,52

Fonte: Próprio autor

**Figura 7 – Fotografias das peças associadas à escala de cinza para análise comparativa do teor de óxido de ferro**



#### 6.4 Valores de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão a verde

Os valores de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão a verde (via úmida) estão apresentados nas Tabelas 12 e 13. Observa-se que os corpos de provas PA e 1 apresentaram baixos valores para carga de ruptura (0,72 e 0,62N, respectivamente) e módulo de resistência à flexão (0,13 e 0,11MPa). Estes resultados provavelmente são devidos aos baixos teores de argila e bentonita utilizados no processamento desses corpos de prova, uma vez que ambos os insumos conferem plasticidade aos corpos cerâmicos melhorando a sua prensagem (ELZEA e MURRAY, 1995). O raciocínio inverso pode ser feito para a amostra 5, que obteve os maiores valores de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão, provavelmente devido ao alto teor de bentonita (5,00%), que apresenta a estrutura de montmorilonita.

Os resultados encontrados para os corpos de prova após secagem em estufa são semelhantes àqueles encontrados para os corpos de prova via úmida. Novamente, os corpos de prova PA e 1 apresentaram os valores mais baixos de carga de ruptura (5,92 e 5,94N, respectivamente). Para o módulo de resistência à flexão, ambos os corpos de prova PA e 1

apresentaram o menor valor (1,05MPa cada). Desta forma, verifica-se a tendência de preservação das propriedades dos porcelanatos após a secagem.

**Tabela 12 – Carga de ruptura e módulo de resistência à flexão via úmida**

Amostra	Carga de ruptura (N)	Módulo de resistência à flexão (MPa)
PA	0,72	0,13
1	0,62	0,11
2	1,61	0,32
3	1,21	0,24
4	1,59	0,27
5	2,22	0,40
6	1,27	0,21
7	1,71	0,31
8	1,14	0,27
9	1,24	0,22

Fonte: Próprio autor

**Tabela 13 – Carga de ruptura e módulo de resistência à flexão via seca**

Amostra	Carga de ruptura (N)	Módulo de resistência à flexão (MPa)
PA	5,92	1,05
1	5,94	1,05
2	8,14	1,52
3	9,71	1,72
4	10,71	2,05
5	14,69	2,61
6	12,69	2,25
7	8,36	1,52
8	8,54	1,44
9	7,04	1,21

Fonte: Próprio autor

Sabe-se que uma peça cerâmica deve ter resistência mecânica a verde suficiente para que ela possa ser manuseada, por isso as matérias-primas que compõem a massa, principalmente a massa composta, devem ter uma alta plasticidade, característica fundamental na etapa de conformação das peças cerâmicas (MOTTA *et al.*, 2002). Pode-se verificar que as formulações das massas apresentaram satisfatórias resistências à flexão via seca e verde, uma vez que os resultados obtidos para os nove corpos de provas foram bastante próximos ou acima daqueles encontrados para o corpo de prova padrão (PA).

### 6.5 Avaliação da retração das amostras

Mediu-se a retração dos corpos de prova 1 a 5, sinterizados a 1245°C com ciclo de queima de 48 e 51 minutos, a fim de se realizar uma análise comparativa com o corpo de prova padrão (Tabela 14). Observa-se que a retração linear dos corpos de prova não varia muito em relação ao corpo de prova padrão, isto é um indicativo de que as formulações propostas podem ser aplicadas. Mesmo com o aumento da temperatura de sinterização, não ocorre um expressivo aumento da retração dos corpos de prova. As discrepâncias mais significativas foram encontradas nas amostras 2, 3 e 4. Essa diferença entre esses valores com corpo de prova PA pode ser devido ao fato da Argila 2 ter sido utilizada em maior quantidade nesses corpos de prova, uma vez que foi afirmado por Santos (1975) que os argilominerais presentes nas argilas são os principais responsáveis pela retração de queima.

**Tabela 14 – Retração das amostras após sinterização de diferentes durações**

Amostra	48min	51min
PA	9,35%	9,30%
1	9,75%	9,70%
2	9,70%	10,00%
3	9,60%	9,90%
4	9,70%	9,80%
5	9,65%	9,60%

Fonte: Próprio autor

A variação de propriedades mecânicas é decorrente de alguns fatores, como a porosidade, a retração e a densificação. Todos esses fatores são influenciados pela temperatura de sinterização, pois o aumento da temperatura e tempo de sinterização pode favorecer a difusão dos átomos, aumentando o grau de sinterização, densificando o material e, conseqüentemente, promovendo a redução dos poros e retração das amostras (SANTOS, 1975).

## 6.6 Absorção de água

Os porcelanatos (Grupo de absorção BIa) devem apresentar absorção de água inferior a 0,5% (ANFACER, 2002). O ensaio de absorção de água foi realizado para todas as amostras e os resultados foram satisfatórios, uma vez que o maior valor encontrado foi 0,14%.

## 6.7 Resistência à flexão

A Tabela 15 apresenta os resultados de força máxima (N), deformação (mm) e resistência à flexão (MPa) encontrados para cada corpo de prova. Sabendo-se que a fase líquida pode ser produzida principalmente pela fusão dos fundentes (feldspatos), e que, esta fase líquida promove a densificação, o que aumenta a resistência do corpo cerâmico, já era esperado que os corpos de prova apresentassem bons resultados de força máxima (N), deformação (mm) e resistência à flexão (MPa), pois os mesmos possuem em suas formulações altos teores de feldspato (44,60% para o corpo de prova 7, 52,10% para o corpo de prova 8 e 49,60% para o corpo de prova 9).

Mas, pode-se observar que o corpo de prova D apresenta os maiores valores de força máxima (1912,660N), deformação (2,170mm) e resistência à flexão (7,64MPa) comparado aos corpos de prova A, B e C. Isto pode estar relacionado ao maior tempo (60min) e maior temperatura de sinterização (1246,5<sup>o</sup>C).

Observa-se também que o corpo de prova F sinterizado a 1246,5<sup>o</sup>C apresenta resultados melhores do que o E sinterizado a 1232,5<sup>o</sup>C. E por fim, comparando os corpos G e H observa-se que o corpo de prova H apresenta melhores valores do que o G. Esses resultados comprovam que o tempo e a temperatura de sinterização podem influenciar nas propriedades dos porcelanatos, corroborando o estudo realizado por Magalhães *et. al.* (2014).

**Tabela 15 – Resultados encontrados no ensaio de flexão**

Corpo de prova	Força máxima (N)	Deformação (mm)	R.F. (MPa)
A	1873,224	1,129	7,48
B	1756,275	1,264	7,01
C	1713,439	0,958	6,84
D	1912,660	2,170	7,64
E	1492,459	0,824	5,96
F	1595,810	1,066	6,37
G	1218,445	1,176	4,87
H	1667,883	1,158	6,66

Fonte: Próprio autor

## 7 CONCLUSÕES

Os ensaios e resultados obtidos neste trabalho permitem que sejam feitas as seguintes conclusões:

- 1- Os resultados das análises químicas mostraram que existe uma variação significativa nas composições das matérias-primas utilizadas na confecção dos corpos de provas. Sendo que as maiores variações ocorrem com os óxidos de silício, alumínio, sódio e potássio.
- 2- Os resultados mostraram que variação na composição dos corpos de prova influencia na perda ao fogo teórica e, conseqüentemente, na retração volumétrica da peça após a queima. Além disso, a composição da matéria-prima também influencia na tonalidade das peças, bem como na resistência mecânica.
- 3- Os resultados de carga de ruptura e módulo de resistência à flexão das amostras via úmida e via seca mostraram que as formulações das massas estão coerentes e apresentam resistência a verde dentro dos padrões estabelecidos pela Cecrisa Revestimentos Cerâmicos.
- 4- Os resultados do cálculo do teor de óxido de ferro nos corpos de prova mostrou que um pequeno aumento na sua quantidade pode influenciar na variação da tonalidade do porcelanato.
- 5- Os resultados de força máxima (N), deformação (mm) e resistência à flexão (MPa) encontrados para cada corpo de prova comprovou que a sinterização por fase líquida promove a densificação, aumentando a resistência do corpo cerâmico.
- 6- Este estudo mostrou a importância de avaliar a composição, tempo e temperatura de sinterização dos porcelanatos, uma vez que através desses parâmetros é possível definir uma rota de processamento mais viáveis.
- 7- A amostra 5 mostrou-se com mais características favoráveis quando comparada à amostra padrão. Sua retração aumentou de maneira pouco significativa (0,3%), assim como sua perda ao fogo (0,63%). Considerando um pequeno escurecimento como sendo não prejudicial, uma vez que o teor de óxido de ferro aumentou em 0,1%, propõe-se substituição da amostra padrão pela 5, uma vez que essa última apresentou significativos valores superiores de módulo de resistência à flexão (2,61MPa), quando comparada ao padrão (1,05MPa).

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) **C373-72** - Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products, Ceramic Tiles, and Glass Tiles. 1989

ANFACER. **Guia de assentamento de revestimento cerâmico**. 4. ed. ANFACER. São Paulo. 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (**ABCERAM**) - Disponível em <<http://www.abceram.org.br>> - Acesso em 08/07/2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13279 (2)**: método para determinação da resistência à tração na flexão em argamassa. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13816**: placas cerâmicas para revestimentos: terminologia. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13817**: placas cerâmicas para revestimentos: classificação. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13818**: placas cerâmicas para revestimentos: especificações e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15463**: placas cerâmicas para revestimento: porcelanato. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DAS ENTIDADES DE PRODUTORES DE AGREGADOS PARA A CONSTRUÇÃO CIVIL (**ANEPAC**). Disponível em: <<http://anepac.org.br/wp/>>. Acesso em: 11/08/2014.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DOS FABRICANTES DE CERÂMICA PARA REVESTIMENTOS, LOUÇAS SANITÁRIAS E CONGÊNERES (**ANFACER**). Disponível em: <<http://www.anfacer.org.br/site/default.aspx?idConteudo=157&n=Hist%C3%B3ria-da-Cer%C3%A2mica>>. Acesso em: 02/06/2015.

AZEVEDO, P. B. M. e RUIZ, M. S. **Areia, Quartzo e Quartzito Industrial**. In: Mercado Produtor Mineral do Estado de São Paulo, Pró- Minério, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, p.49- 59. São Paulo. 1990

BARBA, A., FELIU, C., GARCIA, J. et al. (2002) **Matérias Primas para la fabricación de Soportes de Baldosas Cerámicas**. Castellón: AICE/ITC; 1997

BRAGA, B. et al. **Introdução à Engenharia Ambiental. O desafio do desenvolvimento sustentável**. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2005.

**BRASIL MINAS** - <http://www.brasilminas.net/caulim> – Acesso em 10/08/2014

CABRAL JUNIOR, M., MOTTA, J. F. M. ALMEIDA, A. S., TANNO, L. C. **Argila para cerâmica vermelha**. Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Ministério da Ciência e Tecnologia. Comunicação Técnica elaborada para o Livro Rochas Mineraias Industriais: Usos e Especificações Parte 2 - Rochas e Mineraias Industriais: Usos e Especificações. Capítulo 33 – pág. 747 – 770. Rio de Janeiro. 2008.

COHEN, M. **Ciência e Engenharia de Materiais: sua evolução, prática e perspectivas**. Parte I: Materiais na história da sociedade. São Carlos: UFSCar, 1985.

COHEN, M. **Ciência e Engenharia de Materiais: sua evolução, prática e perspectivas**. Parte II: A Ciência e Engenharia de Materiais como uma multidisciplina. São Carlos: UFSCar, 1987.

DONDI, M., RAIMONDO, M., ZANELLI, C., TENÓRIO CAVALCANTE, P. M. (2003) **Sintering Mechanism of Porcelain Stoneware Tiles**. Sintering 2003 - An International Conference on the Science, Thecnology & Applications of Sintering Pennsylvania, EUA; e Ciência dos Materiais, Porto Alegre - RS.

ELZEA, J e MURRAY, H. H. **Bentonite**, In: **Industrial Mineral and Rocks**, AIME, p.223-246. 1995.

ESCARDINO, B. A., Amorós, A. J. L., ENRIQUE, N. J. E., **Cerámica Información 84** 211. 1981.

EXNER, E. **Principles of Single Phase Sintering**, **Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics**, 1, 1-4. 1979.

FACINCANI, E. **Tecnologia ceramica – I**. Gruppo Editoriale Faenza. Editrice Faenza. Seconda edizione. 267p. Faenza, Itália. 1992.

FERRARI, K. R. **Transformação das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimentos cerâmicos**. Revista Cerâmica Industrial, São Paulo, v. 5, n. 2, p. 53-58, mar/abr, 2000.

FERREIRA, G. C. **Avaliação da evolução dos mercados produtores e consumidor de areia industrial no Estado de São Paulo**. Geociências, UNESP. vol.16, n. 2, p.433-466. São Paulo. 1997

FERREIRA, G. C. e DAITX, E. C. **Características e especificações da areia industrial**. Geociências, UNESP. vol.19, n.2, p.235-242. São Paulo. 2000

GIBERTONI, C., PAULIN F°, P. I., MORELLI, M. R. (2004) **Caracterização de Cerâmicas Sinterizadas por Fluxo Viscoso**. Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Porto Alegre - RS.

GRIN, R. E. **Clay Mineralogy**. McGraw-Hill. p.596. Nova Iorque. 1968.

HARBEN, P. W. (2002). **Feldspar in the Industrial Minerals. HandyBook – A Guide to Markets, Specifications, & Prices**, 4th Edition, p.124-129.

HECK, C. **Grês Porcelanato**. Cerâmica Industrial v.4, 21-24p Agosto/Dezembro: 21-24. 1996.

HOUAISS, A. **Dicionário Eletrônico Houaiss da Língua Portuguesa**. CD-ROM., versão 1.0.7. São Paulo: Objetiva, 2004.

LLORENS, G.F. Março/abril. “**Matérias primas fundentes para a fabricação de gres porcelanato**”. Cerâmica E Informação. No. 9. 2000

LOSEKANN, C. R. **Tecnologia de Materiais**, Apostila Unidade 1, (2003)

LUZ, A. B.; LINS, F. F.; PIQUET, B.; COSTA, M. J. e COELHO, J. M. **Pegmatitos do Nordeste – Diagnóstico sobre o aproveitamento racional e integrado**. Série Rochas e Minerais Industriais, n.9, 49p., CETEM/MCT. 2003.

LUZ, B. A. e DAMASCENO, E. C. **Caulim: um mineral industrial importante**. Série **Tecnologia Mineral**, CETEM, Vol. 65, 32p. 1993.

MAGALHÃES, M. et al. **Efeitos do Ciclo de Queima sobre as Temperaturas de Mínima Absorção de Água e Máxima Densificação de Porcelanatos**. Revista Cerâmica Industrial, v. 19, n. 2, p. 20-25. 2014.

MEISSEN, K. **Ceramic Glaze Materials: The Top Ten List**. Ceramic Engineering Science Proceedings (CESP). V. 18 [2] 308-319p. 1997.

MELO JÚNIOR, A. S. **Análise quantitativa do material particulado na região de campinas através das técnicas de microfluorescência de raios-X e reflexão total usando radiação síncrotron**. Tese (Doutorado em Química) - Unicamp, Campinas, São Paulo, 2007.

MOTTA, J. F. M. **As matérias-primas cerâmicas. Parte II: Os minerais Industriais e as Massas da Cerâmica Tradicional**. Revista Cerâmica Industrial 7 (1) Janeiro/Fevereiro. 2002.

MOTTER, B. **Feldspar for the sanitaryware industry**. Industrial Minerals, n.390, March, p.81-87. 2000 n. 1, p. 33-40, jan/fev, 2002.

NAVARRO, J. E. E., Amorós Albaro, J. L.. “**Matérias-primas para la fabricación de pavimentos y revestimientos cerâmicos**”. Técnica Cerâmica. No. 91, 119- 130p. 1981.

OLIVEIRA, M. L. Bentonita – DNPM/SEDE. **Departamento Nacional de Produção Mineral**, 2004. Disponível em: [http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriadocumento/sumario\\_mineral2004/BENTONITA%202004.pdf](http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriadocumento/sumario_mineral2004/BENTONITA%202004.pdf). Acesso em 11/08/2014.

OLIVEIRA, N. O. Pedro, Maio/junho. “**Gres porcelanato: aspectos mercadológicos e tecnológicos**”. Cerâmica Industrial. Vol. 3, No. 3. 1998

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997.

**Petrological Approach. Sintering 2003** – An International Conference on the Science,

PINHEIRO B. C. A, HOLANDA J. N. F., **Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha**, *Cerâmica*, v. 56, p. 237-243, 2008.

PINHEIRO, B. C. A. **Processamento e caracterização de massas cerâmicas incorporadas com o resíduo borra de petróleo encapsulada para fabricação de grês porcelanato**. Tese de Doutorado - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes – RJ, MARÇO – 2009

**Relatório do Departamento Nacional de Produção Mineral**. Disponível em: <<http://www.dnpm-pe.gov.br/Detalhes/Feldspato.htm>>. Acesso em: 11/08/2014.

RIELLA, H. G.; FRANJNDLICH E, U. de C.; DURAZZO, M., Maio/Junho. **Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas**. Cerâmica Industrial, 7. 2002

SANCHEZ, E., GARCIA, J., GINÉS, F. NEGRE, E. **Técnica Cerâmica** 16-**240**. 1996.

SANCHEZ, E., ORTS, M. J., GARCÍA-TEM, J., CANTAVELLA, V. **Efeito da Composição das Matérias-Primas Empregadas na Fabricação de Grês Porcelanato Sobre as fases Formadas Durante a Queima e as Propriedades do Produto Final**. Cerâmica Industrial 6 (5) Setembro/Outubro: 15-22. 2001.

SANTOS G. S., **Estudo das variáveis de processamento das matérias primas da região do Crato - CE na fabricação de produtos cerâmicos por extrusão e por prensagem.** Dissertação, Engenharia Mecânica , Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2009

SANTOS P. S., **Tecnologia de Argilas.** 2ª edição, Edgard Blucher. São Paulo. 1975

SCHAFFER, J. et al. **Ciencia y diseño de materiales para ingeniería.** México: Grupo Pátria Cultural, 2000.

SHARMA, K. D. **Génesis de la variación de tonalidades en las baldosas cerámicas y algunos remedios que se recomiendan.** Congreso Mundial de la calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico. 1990.

SILVA, A.G.P., ALVES JUNIOR, C. **A sinterização rápida: sua aplicação, análise e Sinterizadas por Fluxo Viscoso.** Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia

SKOOG, D.A.; HOLLER, F.J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de Análise Instrumental**, 5ª ed. Porto Alegre: Bookman, p. 31-36; p. 317-342, 2009.

TRANGMAR, B. B.; YOST, R. S.; UEHARA, G. **Application of geostatistics to spatial studies of soil properties.** Advances in Agronomy, San Diego, v. 38, p. 54-94, 1985.

VELDE, B. e MEUNIER, A. **The Origin of Clay Minerals in Soils and Weathered Rocks** [S.l.]: Springer, 2008. ISBN 3540756337.

WELZ, B., SPERLING, M. **Atomic absorption spectrometry.** 3ª ed. Weinheim: Wiley-VCH, 1999.