

## **Incorporação de rocha sedimentar em pó em massas para telhas cerâmicas - Parte 2: avaliação microestrutural**

### ***(Incorporation of sedimentary powder rock in roofing tiles body - Part 2: microstructural evaluation)***

**C. M. F. Vieira, R. M. Pinheiro**

*Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Av. Alberto Lamego 2000, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil 28013-602*

*vieira@uenf.br*

#### **Resumo**

Este trabalho teve por objetivo avaliar o efeito da incorporação de 50% em peso de argilito na microestrutura de uma cerâmica argilosa queimada a 950 e 1050 °C. As amostras foram inicialmente selecionadas e lixadas a 1000 e 1200 mesh. A microestrutura das cerâmicas queimadas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura, microscopia óptica e difração de raios X. Os resultados mostraram que o argilito alterou a microestrutura da cerâmica, que acarretou um melhor desempenho técnico.

**Palavras-chave:** argilito, cerâmica vermelha, microestrutura.

#### **Abstract**

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

**Keywords:** argillite, red ceramic, microstructure.

## **INTRODUÇÃO**

O pólo cerâmico de Campos dos Goytacazes, norte do Estado do Rio de Janeiro, tem papel importante na economia local produzindo aproximadamente 200 milhões de peças/mês de cerâmica vermelha basicamente voltada para a produção de bloco de vedação [1]. A produção de cerâmicas de maior valor agregado como telhas, pisos rústicos e blocos estruturais é bem menor em comparação com os blocos de vedação. Uma das razões se deve à característica da matéria-prima disponível na região que possui comportamento refratário durante a etapa de queima que dificulta a obtenção de produtos com absorção de água dentro das especificações técnicas [1, 2]. Para resolver este problema devem-se utilizar temperaturas de queima mais elevadas e ainda reformular a composição de massa cerâmica utilizando materiais de baixa perda de massa durante a queima como inertes e fundentes. Alguns estudos recentes reportaram a adição de outros materiais para reduzir a porosidade após queima das massas utilizadas na produção de telhas da região [2, 3]. A utilização de granito em pó, em até 30% em peso, elevou a densidade aparente a seco

e reduziu a absorção de água de telhas cerâmicas queimadas a 970 °C em forno industrial. Entretanto, foi verificada uma queda na resistência à flexão atribuída à transformação alotrópica do quartzo que causou microtrincas nas cerâmicas [4]. Em outro estudo [5] os autores utilizaram uma rocha sedimentar em pó, argilito, para melhorar as propriedades tecnológicas das telhas produzidas na região. Foi observado que a incorporação de 30% de argilito a uma argila caulínica de Campos dos Goytacazes melhorou significativamente a trabalhabilidade e as propriedades tecnológicas de queima, através da redução da porosidade nas temperaturas de 850 a 1050 °C. Como consequência, ocorreu uma redução da absorção de água e aumento da resistência mecânica em comparação com a massa para telhas da região. Em baixas temperaturas, a redução da porosidade é mais fortemente influenciada pelo maior valor da densidade aparente a seco e menor perda de massa durante a queima das composições com argilito. Em temperaturas acima de 950 °C, a formação de fase líquida possibilitou uma maior redução da porosidade, que é mais significativa com o incremento da quantidade de argilito incorporado.

Tabela I - Composição química das matérias-primas (% em peso) [5].  
 [Table I - Chemical composition of the raw materials (wt.%) [5].]

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

Tabela II - Composições estudadas (% em peso).  
 [Table II - Studied compositions (wt.%.)]

	Argila forte	Argila fraca	Argilito
MI	70	30	-
AF50A	50	-	50

O presente trabalho objetivou dar continuidade ao estudo [5] por meio da avaliação da microestrutura das cerâmicas com aplicação das técnicas de difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados os seguintes materiais: massa argilosa, empregada para fabricação de cerâmica vermelha, proveniente do município de Campos dos Goytacazes, RJ, formada por 70% argila plástica “forte” e por 30% argila menos plástica, “fraca”, com maior teor de areia. O outro material foi argilito em forma de pó proveniente da região de Itu, SP, usado para fabricação de cerâmica estrutural. A Tabela I apresenta a composição química das matérias-primas estudadas. A massa industrial e a argila forte apresentam baixos teores de óxidos que atuam como fundentes e elevada perda ao fogo. Já o argilito apresenta maior teor de óxidos fundentes e menor perda ao fogo [5]. Com relação à composição mineralógica, o argilito é constituído de caulinita, mineral micáceo, hematita, quartzo e microclina. Esta composição mineralógica é bastante similar às argilas.

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

Corpos-de-prova retangulares nas dimensões de 108 x 20 x 15 mm<sup>3</sup> foram conformados por extrusão em maromba de laboratório com teores variáveis de água de conformação, determinados por meio da consistência das massas. Em seguida, os corpos de prova foram secos a temperatura ambiente por 72 h e em estufa a 110 °C até peso constante. A queima das cerâmicas foi realizada em forno de laboratório a 950 e 1050 °C, com taxa de aquecimento de 3 °C/min e 180 min de patamar. O resfriamento ocorreu naturalmente,

desligando-se o forno [5]. As amostras foram selecionadas e lixadas em lixa de 1000 e 1200 mesh por 15 min em cada lixa para obter uma melhor visualização da superfície das cerâmicas. A microestrutura foi avaliada por microscopia ótica em microscópio Motic Agar-Scientific e por microscopia eletrônica de varredura em um microscópio SSX-550 Shimadzu SEDX. A investigação das fases formadas foi feita por difração de raios X em difratômetro XRD 7000 Shimadzu operando com radiação Cu-k<sub>α</sub> e 2θ variando de 5 a 60°.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 1 apresenta os difratogramas de raios X das cerâmicas MI e AF50A, que representa a composição com teor máximo de argilito incorporado, queimadas nas temperaturas de 950, 1050 °C. Observa-se nas Figs. 1a e 1b, cerâmicas queimadas na 950 °C, três fases cristalinas: quartzo, mica e hematita. As duas primeiras fases são ditas residuais, ou seja, provenientes da matéria-prima no seu estado natural. Já a hematita é proveniente da desidratação de hidróxidos de ferro, eventualmente presentes nas argilas de Campos dos Goytacazes, RJ [2]. A 1050 °C a mica desaparece, ocorre diminuição na intensidade dos picos de quartzo e surge a fase mulita e de feldspatos potássicos como a sanidina e o ortoclásio. A mica desaparece devido à formação de fase líquida, a diminuição da intensidade dos picos de difração do quartzo, indica que se inicia sua dissolução na fase líquida formada. Já a mulita é uma fase de aluminossilicato proveniente da decomposição da metacaulinita.

A seguir são apresentadas micrografias, obtidas por microscopia ótica, da superfície dos corpos-de-prova correspondentes às composições MI e AF50A queimadas a 950 e 1050 °C. Foi possível observar com bastante clareza as partículas de quartzo dispersas na matriz de aluminossilicato além da presença de fases ricas em ferro na composição com argilito.

As Figs. 2 e 3 mostram as micrografias obtidas por microscopia ótica das cerâmicas queimadas a 950 °C, MI e AF50A, respectivamente. Observa-se na Fig. 2 uma superfície com aspecto ligeiramente mais rugosa do que as cerâmicas apresentadas na Fig. 3. Esta rugosidade está associada à baixa consolidação das partículas. A 950 °C os mecanismos de sinterização ainda não foram expressivos o suficiente para eliminar a porosidade provocando um alisamento da superfície da cerâmica característico em

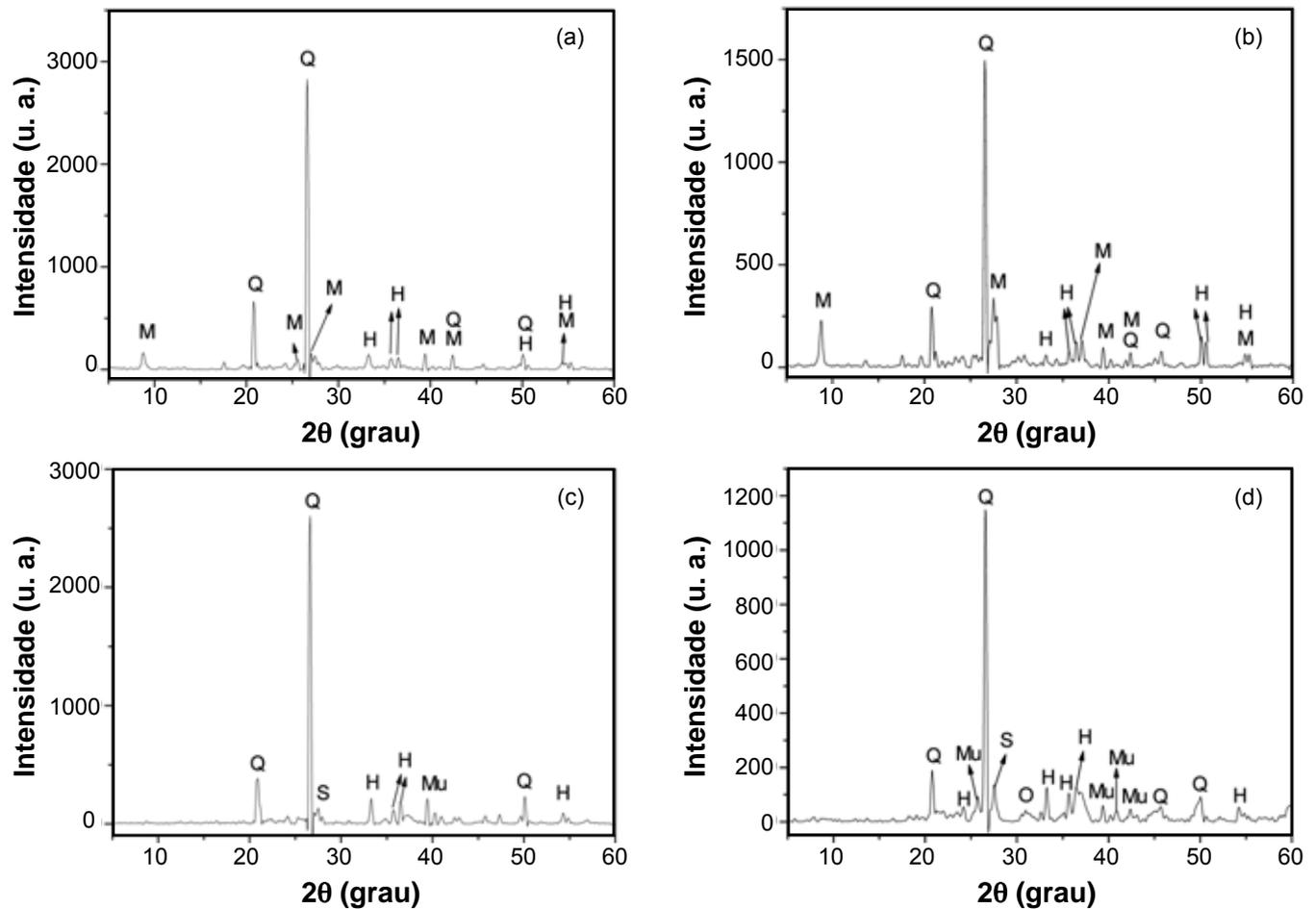


Figura 1: Difratoogramas de raios X das cerâmicas queimadas. (a) MI a 950 °C e (b) AF50A a 950 °C; (c) MI a 1050 °C e (d) AF50A a 1050 °C. M = mica muscovita; Q = quartzo; Mu = mulita; H = hematita; S = sanidina; O = ortoclásio.

[Figure 1: X-ray diffraction patterns of the fired ceramics. (a) MI at 950 °C and (b) AF50A at 950 °C; (c) MI at 1050 °C and (d) AF50A at 1050 °C. M = muscovite mica; Q = quartz; Mu = mullite; H = hematite; S = sanidine; O = orthoclase.]

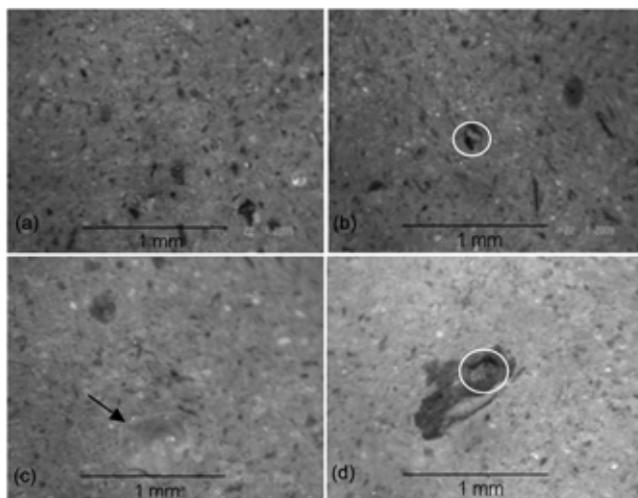


Figura 2: Micrografias obtidas por microscopia óptica da cerâmica MI queimada a 950 °C.

[Figure 2: Optical microscopy micrographs of the ceramic MI fired at 950 °C.]

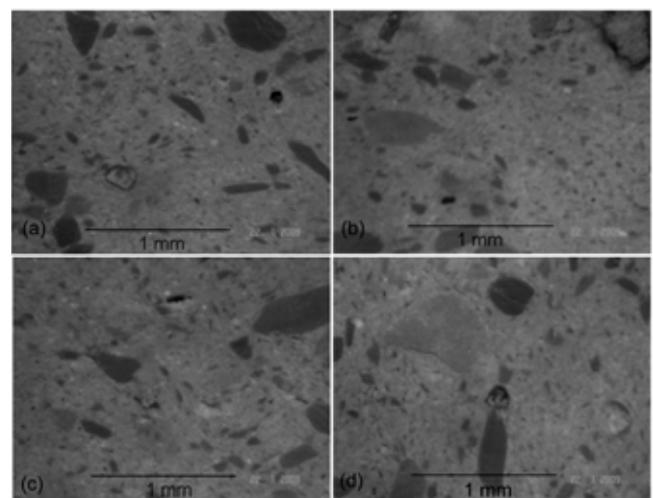


Figura 3: Micrografias obtidas por microscopia óptica da cerâmica AF50A queimada a 950 °C.

[Figure 3: Optical microscopy micrographs of the ceramic AF50A fired at 950 °C.]

temperaturas elevadas. Observa-se na Fig. 2c, indicada pela seta preta, uma partícula de quartzo com tamanho

aproximado de 0,5 mm. São observados também nas Figs. 2b e 2d círculos brancos, poros na superfície da cerâmica

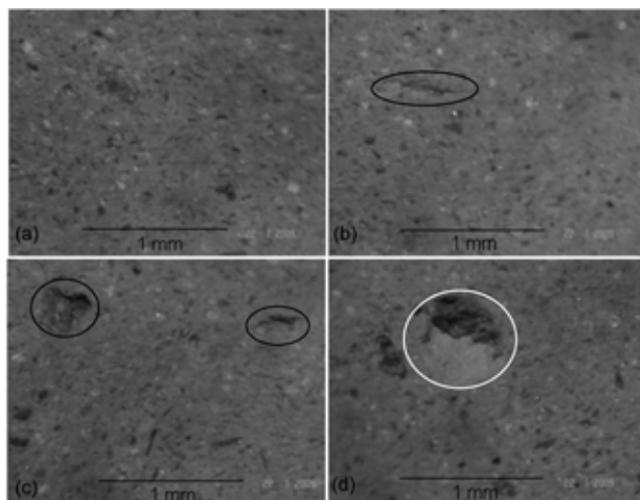


Figura 4: Micrografias obtidas por microscopia óptica da cerâmica MI queimada a 1050 °C.

[Figure 4: Optical microscopy micrographs of the ceramic MI fired at 1050 °C.]

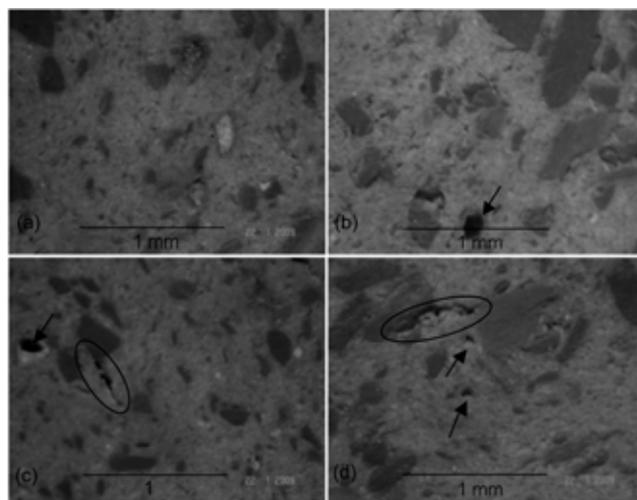


Figura 5: Micrografias obtidas por microscopia óptica da cerâmica AF50A queimada a 1050 °C.

[Figure 5: Optical microscopy micrographs of the ceramic AF50A fired at 1050 °C.]

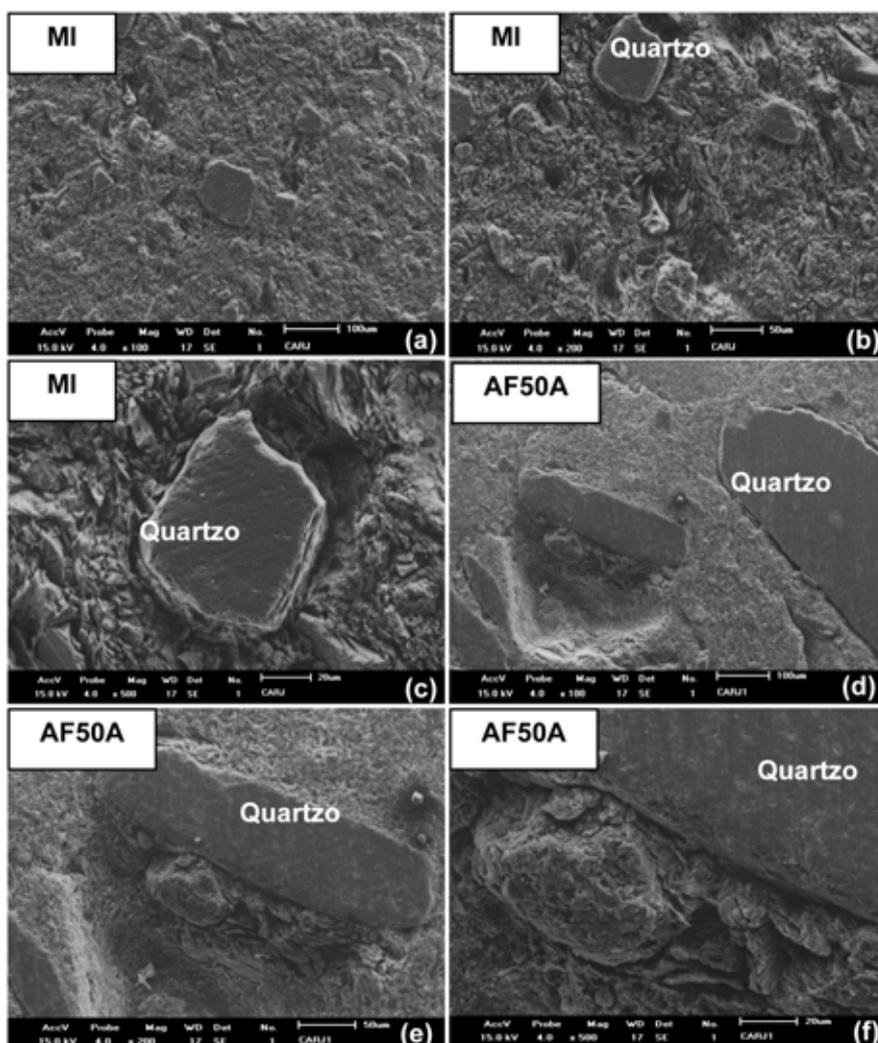


Figura 6: Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das cerâmicas MI, (a), (b) e (c) e AF50A, (d), (e) e (f), queimadas a 950 °C.

[Figure 6: SEM micrographs of the ceramics MI, (a), (b) and (c) and AF50A, (d), (e) and (f), fired at 950 °C.]

inerente ao processamento cerâmico.

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

As Figs. 4 e 5 mostram as micrografias obtidas por microscopia óptica das cerâmicas MI e AF50A, respectivamente, queimadas a 1050 °C. Nesta temperatura é possível observar uma superfície mais compacta com menos rugosidade do que a 950 °C. Entretanto, é possível observar nas Figs. 4b, 4c e 4d defeitos como trincas e poros. Na Fig. 4d, circulado em branco, nota-se uma falha, ausência de material, com tamanho aproximado de 0,6 mm.

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

A Fig. 6 mostra as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da superfície das cerâmicas queimadas a 950 °C, MI e AF50A, respectivamente, com aumentos de 100, 200 e 500x. A microscopia eletrônica de varredura permite observar, com muito mais clareza que a microscopia ótica, a rugosidade das cerâmicas, evidenciando também os defeitos. Um fator comum para ambas as cerâmicas é a presença de partículas de quartzo. O quartzo é um mineral comumente presente nas argilas. Embora o quartzo tenha efeito benéfico para o processamento da cerâmica, geralmente ocorre também um comprometimento da resistência mecânica devido à sua transformação alotrópica a ~ 573 °C [6]. A variação de volume que ocorre acarreta o aparecimento de defeitos na cerâmica, conforme evidenciado nas micrografias abaixo.

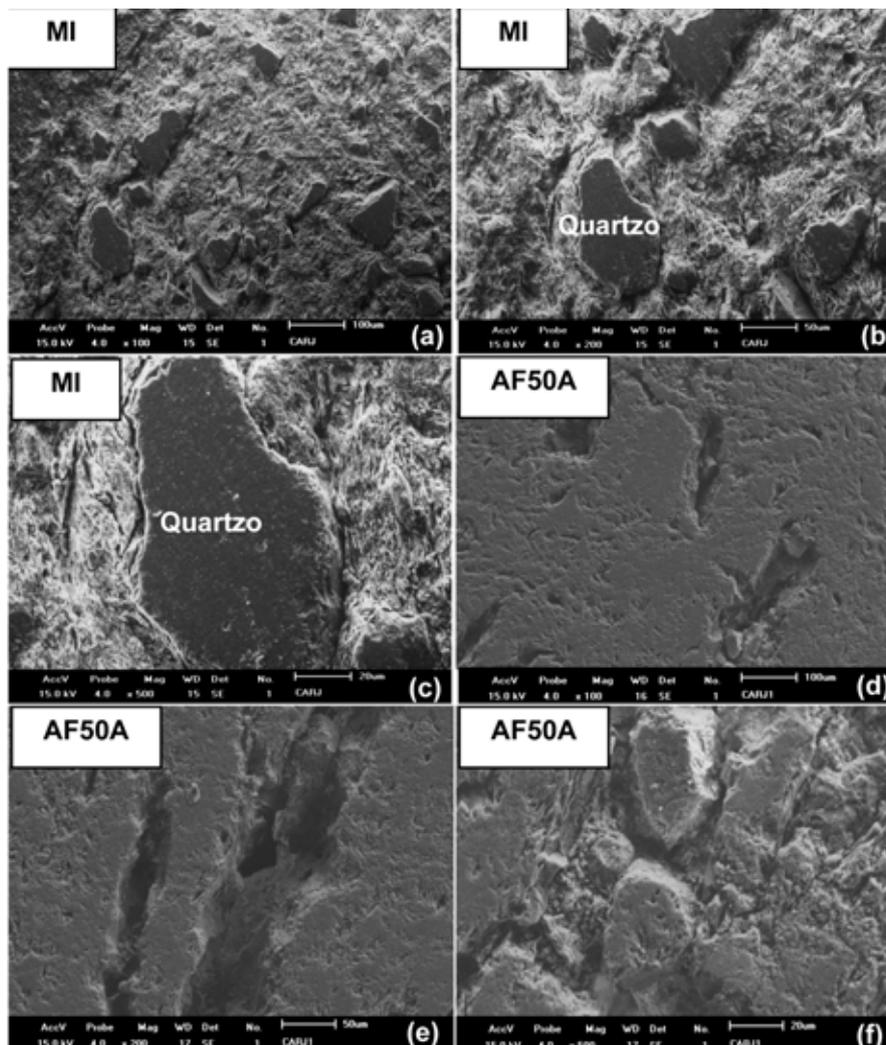


Figura 7: Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das cerâmicas MI, (a), (b) e (c) e AF50A, (d), (e) e (f), queimadas a 1050 °C.

[Figure 7: SEM micrographs of the ceramics MI, (a), (b) and (c) and AF50A, (d), (e) and (f), fired at 1050 °C.]

Na Fig. 7 são apresentadas as micrografias das cerâmicas MI, Figs. 7a, 7b e 7c, e AF50A, Figs. 7d, 7e e 7f, queimadas a 1050 °C respectivamente, com aumentos de 100, 200 e 500x. Nesta temperatura, embora ainda seja possível notar defeitos microestruturais, a consolidação das partículas é mais evidente, Fig. 7d. Consequentemente, as propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas apresentam uma melhora significativa. Foi observado um aumento de 50% na resistência mecânica da cerâmica MI queimada a 1050 °C em comparação com a queimada a 950 °C. Para a cerâmica AF50A este aumento foi de 107% [5].

## CONCLUSÕES

A incorporação de argilito promoveu melhorias na microestrutura da cerâmica argilosa, com diminuição significativa da porosidade e, como consequência, proporcionado redução na absorção de água. Com o aumento da temperatura de queima observou-se uma microestrutura mais compacta e densa e consequentemente menos porosa para ambas as cerâmicas investigadas. Foi observado que o argilito proporcionou um aumento da hematita nas fases de queima. Isto, além de alterar a coloração pôde ter contribuído para melhorar a resistência mecânica da cerâmica. De um modo geral, foi observado que o argilito melhorou significativamente a microestrutura da cerâmica. Entretanto,

a distância que se encontra disponível tal matéria-prima, pode ser um entrave para sua utilização na região de Campos dos Goytacazes, RJ. É necessário um estudo de viabilidade econômica.

## AGRADECIMENTOS

À FAPERJ (Proc. E-26/111.166/2011) e ao CNPq (Proc. 301778/2011-6).

## REFERÊNCIAS

- [1] S. N. Monteiro, C. M. F. Vieira, *Tile Brick Int.* **18** (2002) 152-157.
- [2] S. N. Monteiro, C. M. F. Vieira, *App. Clay Sci.* **27** (2004) 229-234.
- [3] C. M. F. Vieira, H. F. Sales, S. N. Monteiro, *Cerâmica* **50**, 315 (2004) 239-246.
- [4] C. M. F. Vieira, T. M. Soares, S. N. Monteiro, *Cerâmica Industrial* **9** (2004) 36-40.
- [5] C. M. F. Vieira, J. V. Emiliano, *Cerâmica* **59**, 351 (2013) 389-394.
- [6] E. Facincani, *Tecnologia Cerâmica – los Ladrillos*, Faenza Editrice Iberica S. L. Editora, Barcelona, Espanha (1993) 263.  
(*Rec.* 23/05/2012, *Rev.* 27/08/2012, *Ac.* 28/12/2012)