



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM**  
**CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**



**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**FORMULAÇÃO DE MASSAS CERÂMICAS**  
**PARA A PRODUÇÃO DE TELHAS**

**RENATO CORREIA DOS SANTOS**

**Campina Grande - PB**

**Julho/2012**

DVA  
3/13  
5297

UFCG  
9/2012  
0590 018

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**FORMULAÇÃO DE MASSAS CERÂMICAS  
PARA A PRODUÇÃO DE TELHAS**

Renato Correia dos Santos

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), em cumprimento às exigências para obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

**Orientadora:** Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lisiane Navarro de Lima Santana

**Co-Orientador:** Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

Campina Grande - PB

Julho/2012



**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCC**

S237f Santos, Renato Correia dos.  
Formulação de massas cerâmicas para a produção de telhas / Renato Correia dos Santos. – Campina Grande, 2012.  
73f. : il., color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.  
Orientadores: Prof. Dr<sup>a</sup>. Lisiane Navarro de Lima Santana, Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves.  
Referências.

1. Cerâmica Vermelha. 2. Telhas Cerâmicas. 3. Matérias Primas. 4. Massas Cerâmicas. I. Título.

CDU 666.3 (043)

## **VITAE DO AUTOR**

- Graduação em Engenharia de Materiais pela UFCG (2010).

FORMULAÇÃO DE MASSAS CERÂMICAS PARA A PRODUÇÃO DE TELHAS.

**Renato Correia dos Santos**

Dissertação Aprovada em 25/07/2012 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:



Dr<sup>a</sup>. Lisiane Navarro de Lima Santana  
(Orientadora)  
UAEMa/UFCG



Dr. Gelmiros de Araújo Neves  
(Co-Orientador)  
UAEMa/UFCG



Dr. Reginaldo Severo de Macedo  
(Examinador Interno)  
UAEMa/UFCG



Dr. Heber Sivini Ferreira  
(Examinador Externo)  
UFPB

## DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação a minha mãe, **Maria José (Zezé)**, pelo amor, carinho e atenção. Enfim, por ser essa mãe amável e maravilhosa; uma linda esmeralda que com seu jeito meigo e doce ilumina minha vida. Meu muitíssimo obrigado. Eu te amo mãe;

Ao meu pai, **João Correia**, por todo amor e dedicação. Um homem batalhador que com seus cabelos grisalhos e sua paciência sempre foi e é o meu melhor e fiel amigo. Uma jóia rara que tomo como exemplo de ser humano digno e honrado. Eu te amo pai;

A minha irmã, **Renata**, pelo carinho, atenção, apoio e pelos gestos e palavras de incentivo e confiança. Eu te amo maninha;

A minha esposa, **Carla Mary**, que com muito amor e carinho esteve e está ao meu lado em todos os momentos, sempre me apoiando e manifestando gestos e palavras carinhosas de atenção, incentivo e muita confiança. Uma linda menina que com seu jeito meigo e amável conquistou o meu coração. Obrigado minha Princesa, meu amor. Eu te amo;

A toda minha família pela força, atenção e incentivo dados em todos os momentos decisivos da minha vida.

Eu amo vocês!

## AGRADECIMENTOS

A Deus pelas bênçãos e pela oportunidade de alcançar mais esta conquista;

A minha orientadora, Profa. Lisiane Navarro, que de forma extremamente atenciosa e profissional contribuiu com seus conhecimentos para a elaboração e acompanhamento de todas as etapas deste trabalho;

Ao Prof. Reginaldo Severo pelo apoio, incentivo e encorajamento no desenvolvimento deste trabalho;

Ao Prof. Gelmires pela importante colaboração na discussão do trabalho;

A todos os professores da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG pela paciência, dedicação e ensinamentos disponibilizados. Cada um de forma especial contribuiu para a minha formação profissional. Meu agradecimento;

Ao Prof. José de Arimatéia e a UAME pelo apoio e colaboração na realização deste trabalho;

Aos colegas Bartolomeu, Wherllyson, Josileido e Neto, pela valiosa colaboração na parte experimental deste trabalho;

Aos membros da Banca que contribuíram significativamente para o aprimoramento do resultado do trabalho;

A todos que, direta e indiretamente, contribuíram na concretização deste sonho.

Muito Obrigado!

## FORMULAÇÃO DE MASSAS CERÂMICAS PARA A PRODUÇÃO DE TELHAS

### RESUMO

Dentre os principais produtos fabricados pela indústria de cerâmica vermelha, destinados à construção civil, destacam-se as telhas cerâmicas, as quais são componentes utilizados para coberturas, apresentando variadas conformações e características técnicas. Nas empresas desse setor, não há uma avaliação das características das argilas utilizadas pelas mesmas, e a grande maioria não tem conhecimento sobre as propriedades das massas usadas no processo de fabricação. As matérias primas (argilominerais e acessórios) que compõem as massas apresentam características químicas, mineralógicas e granulométricas, as quais terão influência sobre o processamento e as propriedades finais das telhas. Neste estudo foram caracterizadas cinco tipos de argilas fornecidas por uma indústria de cerâmica vermelha do Estado da Paraíba, objetivando-se formular massas cerâmicas que atendam as especificações adequadas para a fabricação de telhas com propriedades tecnológicas desejadas. As argilas caracterizadas apresentam características típicas de matérias primas para cerâmica vermelha. Quanto a composição granulométrica, apenas uma argila e duas massas apresentaram valores próximos do indicado pelo diagrama de Winkler para produção de telhas. A argila selecionada e uma das formulações escolhidas, as quais apresentaram menor plasticidade, foram eleitas as mais adequadas para a fabricação de telhas cerâmicas, com propriedades tecnológicas que atenderam aos requisitos mínimos recomendados pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT.

**Palavras-chave:** cerâmica vermelha, telhas cerâmicas, matérias primas, massas cerâmicas.

# FORMULATION FOR MASS PRODUCTION OF CERAMIC TILES

## ABSTRACT

Among the major products produced by the red ceramic industry, for the construction, there are the ceramic tiles, which are components used for roofing, with varied configurations and specifications. Firms in this sector, there is an evaluation of the characteristics of the clays used by them, and most have no knowledge about the properties of the masses used in the manufacturing process. The raw materials (clay and accessories) that make up the masses have the chemical, mineralogical and texture, which will influence the processing and final properties of the tiles. In this study were characterized five types of clay provided by a red ceramic industry of the State of Paraíba, aiming to make ceramic bodies that meet appropriate specifications for the manufacture of tiles with technological properties desired. The clays have characterized typical characteristics of raw materials for brick clay. As for texture, clay and only two had values close to the masses indicated by the Winkler diagram for the production of tiles. The clay selected and chosen one of the formulations, which showed lower plasticity, elected the most suitable for the manufacture of ceramic tiles, with technological properties that met the minimum requirements recommended by the Institute for Technological Research - IPT.

**Keywords:** red ceramic, ceramic tiles, raw materials, ceramic bodies.

## SUMÁRIO

<b>DEDICATÓRIA.....</b>	<b>i</b>
<b>AGRADECIMENTOS .....</b>	<b>ii</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>iv</b>
<b>SUMÁRIO.....</b>	<b>v</b>
<b>ÍNDICE DE TABELAS.....</b>	<b>viii</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS .....</b>	<b>ix</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....</b>	<b>xi</b>
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS.....	3
2.1. Objetivo Geral.....	3
2.2. Objetivos Específicos .....	3
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	4
3.1. A Indústria de Cerâmica Vermelha .....	4
3.2. Matérias Primas para Cerâmica Vermelha .....	5
3.3. Caracterização das Argilas .....	8
3.3.1. Análise Química.....	8
3.3.2. Análise Mineralógica.....	10
3.3.3. Análise Granulométrica .....	10
3.3.4. Análise Térmica.....	11
3.3.5. Avaliação da Plasticidade.....	13
3.3.5.1. Índice de Plasticidade de Atterberg .....	15
3.3.5.2. Índice de Plasticidade de Pfefferkorn .....	15
3.4. Processo Produtivo.....	16
3.4.1. Formulação de Massa Cerâmica .....	16
3.4.2. Conformação .....	19
3.4.2.1. Extrusão.....	20
3.4.2.2. Prensagem .....	20
3.4.3. Secagem.....	21
3.4.3.1. A Curva de Bigot.....	22
3.4.4. Queima .....	23

3.5. Telhas Cerâmicas .....	25
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	28
4.1. Materiais .....	28
4.2. Métodos .....	28
4.2.1. Coleta e preparação das amostras.....	29
4.2.2. Caracterização das matérias primas .....	29
4.2.2.1. Análise química .....	29
4.2.2.2. Análise mineralógica.....	29
4.2.2.3. Análise granulométrica .....	29
4.2.2.4. Análise térmica .....	30
4.2.2.5. Determinação do índice de plasticidade das argilas.....	30
4.2.3. Formulação das massas cerâmicas .....	31
4.2.3.1. Caracterização das massas cerâmicas .....	32
4.2.4. Conformação e tratamento térmico dos corpos de prova .....	32
4.2.5. Análise das propriedades tecnológicas .....	33
4.2.5.1. Perda de massa ao fogo (PF).....	33
4.2.5.2. Retração linear de queima (RLq).....	33
4.2.5.3. Absorção de água (AA).....	34
4.2.5.4. Porosidade aparente (PA) .....	34
4.2.5.5. Massa específica aparente (MEA).....	35
4.2.5.6. Resistência mecânica à flexão (RF) .....	35
4.2.6. Caracterização final dos produtos .....	36
4.2.6.1. Análise mineralógica.....	36
4.2.6.2. Microscopia eletrônica de varredura.....	36
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	37
5.1. Caracterização das matérias primas .....	37
5.1.1. Análise química .....	37
5.1.2. Análise mineralógica - DRX.....	38
5.1.3. Análise granulométrica .....	40
5.1.4. Análise térmica .....	42
5.1.5. Determinação do índice de plasticidade das argilas.....	44
5.2. Caracterização das massas.....	45
5.2.1. Análise granulométrica .....	45
5.2.2. Análise química .....	48

5.2.3. Determinação do índice de plasticidade .....	49
5.3. Propriedades tecnológicas.....	51
5.3.1. Perda de massa ao fogo (PF).....	51
5.3.2. Retração linear de queima (RLq).....	53
5.3.3. Absorção de água (AA) .....	54
5.3.4. Porosidade aparente (PA) .....	55
5.3.5. Massa específica aparente (MEA).....	57
5.3.6. Resistência mecânica à flexão (RF) .....	58
5.4. Caracterização final dos produtos .....	60
5.4.1. Análise mineralógica - DRX .....	60
5.4.2. Microscopia eletrônica de varredura - MEV .....	62
6. CONCLUSÕES.....	66
7. SUGESTÕES .....	67
8. REFERÊNCIAS .....	68

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição granulométrica dos produtos da cerâmica vermelha.....	18
Tabela 2 -	Formulação das massas.....	31
Tabela 3 -	Composição química das argilas estudadas.....	37
Tabela 4 -	Distribuição de tamanho de partículas das argilas analisadas nas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e o diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ).....	41
Tabela 5 -	Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas analisadas.....	42
Tabela 6 -	Índice de Plasticidade das argilas analisadas.....	44
Tabela 7 -	Distribuição de tamanho de partículas das massas analisadas nas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e o diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ).....	46
Tabela 8 -	Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das massas formuladas.....	47
Tabela 9 -	Composição química da argila A2 e das massas M7 e M13 estudadas.....	48
Tabela 10 -	Índice de Plasticidade da argila A2 e das massas M7 e M13 analisadas.....	50
Tabela 11 -	Perda de massa ao fogo dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	52
Tabela 12 -	Retração linear de queima dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	53
Tabela 13 -	Absorção de água dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	54
Tabela 14 -	Porosidade aparente dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	56
Tabela 15 -	Massa específica aparente dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	57
Tabela 16 -	Resistência à flexão dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.....	59

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 -	Diagrama de Winckler.....	18
Figura 2 -	Vagonetes, secagem natural.....	21
Figura 3 -	Estufa, secagem artificial.....	22
Figura 4 -	Variação da retração de secagem em função da água de conformação – curva de Bigot.....	23
Figura 5 -	Entrada e saída do material (telhas) em um forno contínuo.	25
Figura 6 -	Fluxograma geral das etapas do trabalho.....	28
Figura 7 -	Difratogramas das matérias primas.....	39
Figura 8 -	Curvas de TG e DTA das matérias primas.....	43
Figura 9 -	Perda de massa ao fogo dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	52
Figura 10 -	Retração linear de queima dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	54
Figura 11 -	Absorção de água dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	55
Figura 12 -	Porosidade aparente dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	56
Figura 13 -	Massa específica aparente dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	58
Figura 14 -	Resistência à flexão dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.....	59
Figura 15 -	Difratogramas dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizadas a 850°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min.....	61
Figura 16 -	Difratogramas dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizadas a 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min.....	62
Figura 17 -	Micrografias obtidas por MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, sinterizadas a 850°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, com 500x e 1000x de ampliação.....	63
Figura 18 -	Micrografias obtidas por MEV das superfícies de fratura	

---

dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13,  
sinterizadas a 950°C, sob taxa de aquecimento de  
5°C/min, com 500x e 1000x de ampliação..... 64

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

AA	Absorção de água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
<b>b</b>	Largura do corpo de prova no local da ruptura
$C_q$	Comprimento do corpo de prova após queima
$C_s$	Comprimento do corpo de prova após secagem
$D_M$	Diâmetro médio de partículas
DRX	Difração de Raios X
DTA	Análise Térmica Diferencial
EDX	Fluorescência de raios X por energia dispersiva
<b>h</b>	Altura do corpo de prova no local da ruptura
IP	Índice de Plasticidade
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
L	Distância entre os apoios do corpo de prova
LL	Limite de Liquidez
LP	Limite de Plasticidade
MEA	Massa específica aparente
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
$M_i$	Massa do corpo de prova imerso em água
$M_q$	Massa do corpo de prova queimado
$M_s$	Massa do corpo de prova seco
$M_u$	Massa do corpo de prova úmido
P	Carga atingida no momento da ruptura
PA	Porosidade aparente
PF	Perda de massa ao fogo
QUALIHAB	Programa de Qualidade da Construção Habitacional
RF	Resistência mecânica à flexão
RLq	Retração linear de queima
TG	Análise Termogravimétrica

## 1. INTRODUÇÃO

A indústria de cerâmica vermelha está entre as indústrias mais tradicionais do mundo no que diz respeito a fabricação de materiais voltados a construção civil, bem como representa o segmento cerâmico com maior volume de movimentação de materiais, fazendo-se presente na maioria das construções do Brasil.

A relevância deste setor cerâmico está diretamente ligada as propriedades que possuem seus produtos, os quais são preferidos pelos consumidores por representarem uma ótima alternativa em termos de aparência, durabilidade e custo.

Dentre os principais produtos fabricados por este setor cerâmico, os quais são destinados à construção civil, destacam-se: tijolos maciços, blocos de vedação e estrutural, telhas, ladrilhos de piso, manilhas e elementos vazados. A matéria prima utilizada na fabricação dos referidos produtos é a argila.

As argilas são materiais muito heterogêneos, os quais apresentam características que dependem tanto da sua formação geológica quanto da localização da extração (MACEDO *et al.*, 2008). Visando a utilização das argilas em processos industriais é importante e se torna indispensável uma identificação completa do tipo de argila que se está trabalhando e respectivamente de suas propriedades, para que torne viável estabelecer quais as formulações e condições de processamento são mais adequadas para se obter produtos com as propriedades finais de acordo com as especificações normativas.

As propriedades do produto final estão diretamente relacionadas com as características iniciais das matérias primas, como granulometria, plasticidade e composição mineralógica, dentre outras, assim como também com um controle rigoroso das etapas de processamento, principalmente da etapa de queima.

Para se obter um produto com propriedades desejadas, muitas vezes é necessário a formulação de uma massa cerâmica, que é constituída de duas ou mais argilas que irão se complementar em termos de características física, química e mineralógica, e a massa formulada irá adquirir característica de plasticidade adequada ao processo de conformação a ser utilizado (SANTANA *et al.*, 2010). Uma massa cerâmica é formada, no mínimo, pela mistura de uma argila mais plástica e uma outra menos plástica. A composição da massa deve ser em função das características do produto cerâmico que se deseja produzir e do processo de fabricação utilizado, e a qualidade do produto final dependerá diretamente da

mistura das matérias primas empregadas e do processo de fabricação (RIBEIRO *et al.*, 2010).

Observa-se que, na prática ceramista, a utilização da classificação de tamanho de partículas da massa é empírica, baseada na experiência do cerâmico prático, o que dificulta a padronização do produto (SPADER, 2009). É uma prática comum entre os ceramistas utilizar a massa destinada à confecção de blocos cerâmicos para a fabricação de telhas, o que é inadequado e traz como consequências a obtenção de produtos fora das especificações exigidas.

A composição granulométrica de massas de cerâmica vermelha exerce um papel de suma importância no processamento e nas propriedades dos diversos tipos de produtos. Para cada produto, há uma distribuição granulométrica específica e que parece ser a mais adequada, sendo o diagrama de Winckler uma ferramenta poderosa para a determinação destas composições (PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997).

A fabricação de telhas cerâmicas depende muito das características das massas formuladas, as quais são constituídas basicamente por argilas plásticas e não-plásticas. Os materiais não plásticos presentes nas referidas composições irão atuar como agentes desplastificantes quando misturados com os materiais argilosos, que por sua vez apresentam granulometria fina.

Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi estudar composições granulométricas visando obter uma massa cerâmica que atenda as especificações adequadas para a fabricação de telhas com propriedades tecnológicas desejadas.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo Geral**

Formular composições visando o desenvolvimento de uma massa cerâmica que apresente funções tecnológicas essenciais para a fabricação de telhas.

### **2.2. Objetivos Específicos**

- Caracterizar as matérias primas através das técnicas de: análise química, análise mineralógica, análise granulométrica e análise térmica;
- Determinar o índice de plasticidade das matérias primas cerâmicas;
- Desenvolver formulações de massas cerâmicas de acordo com o Diagrama de Winckler, visando atingir características que atendam as especificações adequadas para a produção de telhas;
- Caracterizar através da técnica de análise granulométrica as massas formuladas, bem como determinar a composição química e o índice de plasticidade das massas selecionadas;
- Avaliar as propriedades tecnológicas e analisar as características mineralógicas e microestruturais dos corpos de prova conformados por prensagem e submetidos a diferentes ciclos de queima.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1. A Indústria de Cerâmica Vermelha

A indústria de cerâmica vermelha fornece produtos como blocos de vedação e estrutural, telhas, tijolos, tubos e outros produtos menos comuns, representando em conjunto com a indústria de cerâmica branca, indústria de revestimento, cimento, vidro e cal, o complexo industrial de materiais cerâmicos tradicionais, utilizados pela cadeia da construção civil (DUTRA, 2007).

O Estado da Paraíba vem apresentando, nos últimos anos, um acelerado ritmo de crescimento que vem gerando grandes mudanças em alguns setores econômicos. O setor da construção civil, talvez seja o que mais tem crescido nos últimos cinco anos. Nesse sentido, a indústria de cerâmica vermelha tem sido muito solicitada, mesmo não apresentando claras evidências quanto aos padrões de conformidade estabelecidos pelas normas técnicas, deixando muito a desejar no que se refere à qualidade dos produtos e à racionalização do processo produtivo (SANTOS *et al.*, 2011).

Mesmo apresentando este aparente panorama favorável, a indústria de cerâmica vermelha em geral, apresenta vários problemas associados a uma tecnologia antiga, desenvolvida na década de 1950 e 1960, além de uma grande instabilidade econômica e falta de gerenciamento. Tais fatores caracterizam a indústria de cerâmica estrutural pela elevada produção e baixa produtividade, baixo valor agregado, alto índice de produtos não conformes, pouco controle ambiental e emprego de mão de obra com baixíssimo nível de qualificação (BEZERRA, 2005).

A maioria dessas empresas apresenta uma organização simples e familiar e enfrenta uma série de problemas ambientais, econômicos e de qualidade de produtos fabricados, entre os quais podem ser destacados os seguintes: desconhecimento das propriedades das argilas e de técnicas modernas de produção de material cerâmico; desconhecimento de normas técnicas sobre a qualidade do produto cerâmico; dificuldade de obtenção de assistência técnica qualificada; gerenciamento da produção; desperdício de matérias primas; desperdício de energia e inexistência de controle de qualidade racional (PÉREZ *et al.*, 2010).

Para mudar esse quadro é necessário um conhecimento detalhado das características das massas cerâmicas e das propriedades do produto, com dados

concisos de suas características físicas e mecânicas, na qual se possam estabelecer modificações necessárias (ZAUBERAS & BOSCHI, 2004).

Somente a partir da década de 1990 com o surgimento do Programa de Qualidade da Construção Habitacional – QUALIHAB que se iniciaram os programas de certificação das empresas, produtos e serviços no setor (ANDRADE, 2009).

A busca de maior competitividade e sustentabilidade estimula as empresas de cerâmica a realizarem investimentos na modernização de suas instalações e processos, buscando alternativas para redução de custos, impactos ambientais, melhoria de qualidade e otimização de produção (ANDRADE *et al.*, 2011).

### **3.2. Matérias Primas para Cerâmica Vermelha**

As matérias primas empregadas na produção de blocos e telhas são basicamente as argilas. Segundo Barba *et al.*, (1997) o termo argila se emprega para fazer referência a um material de granulometria fina, que manifesta um comportamento plástico quando misturado com uma quantidade limitada de água. Na natureza, não são encontradas como substâncias puras, e sim como mistura de vários tipos de componentes.

A argila é uma das matérias primas mais importantes no processamento de peças da cerâmica tradicional, sendo utilizada na fabricação de todos os tipos de produtos cerâmicos deste setor. O segmento de cerâmica vermelha responde pela maior parcela deste consumo, devido ao grande número de indústrias e ao fato de ser praticamente o único tipo de matéria prima empregada em seus processos produtivos (SILVA *et al.*, 2011).

Geralmente, é possível fabricar produtos de cerâmica vermelha com variadas argilas, situadas praticamente em qualquer lugar do mundo e que permitam utilizar diversas técnicas de processamento. Entretanto, é de se esperar produtos com propriedades bem diversificadas (PEREIRA *et al.*, 2011).

As características trazidas por cada material cerâmico dependerá das matérias primas escolhidas para o processamento do mesmo. Desta forma as matérias primas cerâmicas atuam como uma espécie de “DNA” dentro do corpo cerâmico, permitindo por meio da correta manipulação um leque de aplicações distintas (SANTANA *et al.*, 2011).

O estudo de matérias primas argilosas empregadas nas indústrias de cerâmica vermelha tem como meta a busca de informações que possam auxiliar no desenvolvimento de produtos e processos. O resultado poderá ser refletido através da obtenção de blocos e telhas de melhor qualidade, seja por mudanças nas formulações das misturas, seja por melhorias no processo de fabricação, através do controle das propriedades das matérias primas (GRUN *et al.*, 2005).

Conhecer uma argila e seus constituintes é de fundamental importância para o processo de fabricação, pois a presença e a quantidade de cada um dos componentes é o que define as propriedades de cada argila. Dentre os principais constituintes de uma argila podemos destacar os argilominerais (GRUN, 2007).

Graças aos argilominerais, as argilas na presença de água desenvolvem uma série de propriedades, tais como: plasticidade, resistência mecânica, retração linear de secagem e compactação. Os principais grupos de argilominerais são a caulinita, a montmorilonita e a illita.

A caulinita é o principal argilomineral componente das argilas, sendo responsável pela elevada resistência mecânica dos produtos cerâmicos. A montmorilonita, em pequenas proporções, é benéfica nas argilas para cerâmica vermelha porque favorece a plasticidade, a fusibilidade e sinterização. É dita expansiva por absorver grande quantidade de água. Por ser muito plástica, pode ocasionar problemas na moldagem e trincas na secagem e queima (SANTOS & SILVA, 1995). As illitas apresentam uma parte do silício substituído por alumínio, além de conter mais água entre as camadas e ter uma parte do potássio substituído por cálcio e magnésio. Sua composição química exata é de difícil determinação devido ao fato de apresentarem sempre contaminação por impurezas de difícil eliminação. Por terem potássio em sua estrutura, apresentam uma boa resistência após a sinterização (GRUN, 2007).

Além dos argilominerais, as argilas têm suas propriedades definidas em função da presença de sílica, carbonatos, feldspatos, talco, micas, compostos de ferro e titânio, além de sais solúveis e matéria orgânica.

A sílica é um mineral cuja composição química contém somente silício na forma de óxido, pode se apresentar de diversas formas mineralógicas, onde a mais comumente encontrada é o quartzo. O quartzo é o mineral mais abundante da crosta terrestre. É utilizado para diminuir a plasticidade, aumentar a permeabilidade da

---

peça à verde e controlar a retração. Podemos dizer que o quartzo é o “esqueleto”, ou seja, a estrutura da peça cerâmica (GRUN, 2007).

Os carbonatos mais comumente encontrados nas argilas são a calcita e a dolomita. A calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), em pequenas quantidades auxilia como fundente e ajuda a minimizar trincas. A dolomita ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) é o carbonato duplo de cálcio e magnésio, correspondendo a um teor teórico de cerca de 54,5% de carbonato de cálcio e 45,5% de carbonato de magnésio. A presença de carbonatos diminui a expansão por umidade além de regular a porosidade (BARBA *et al.*, 1997).

Segundo Almada e Vlcek (2000), os feldspatos são minerais constituídos de silicatos de alumínio em proporções variáveis de sódio, potássio e cálcio. A característica tecnológica mais importante é a fusibilidade, pela sua capacidade de “formar” fases líquidas, que fornece trabalhabilidade, resistência e durabilidade a agentes químicos em peças sinterizadas. Para a indústria cerâmica os feldspatos de maior importância são o potássico ( $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) e o sódico ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ), por terem temperatura de fusão relativamente baixa e assim sendo empregados para formar fase líquida nas massas cerâmicas.

As micas são minerais com estrutura e composição complexas, geralmente presentes sob a forma de lamelas douradas e brilhantes visíveis a olho nu. As micas comportam-se como inertes (GRUN, 2007).

Os principais compostos de ferro encontrados em argilas são a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) e a hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). As argilas apresentam coloração avermelhada quando o ferro está presente na forma de hematita, e cor preta quando na forma de magnetita. Os compostos de titânio também são responsáveis pela coloração das argilas, os minerais mais comuns são os dióxidos de titânio rutilo e o anatásio (ambos  $\text{TiO}_2$ ). Sua presença é observada pela coloração esbranquiçada ou amarelada das peças, mas geralmente a presença destes óxidos tende a intensificar a cor proveniente da presença de outros elementos como o ferro (GRUN, 2007).

Algumas argilas apresentam em pequena quantidade alguns compostos solúveis em água como os sulfatos de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ ), de magnésio ( $\text{MgSO}_4$ ), de sódio ( $\text{NaSO}_4$ ), de potássio ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ ), dentre outros sulfatos. A presença destes sulfatos pode provocar o aparecimento de eflorescências (depósitos de sais que apresentam cores e manchas indesejáveis) (GRUN, 2007).

A matéria orgânica (colóides orgânicos tais como tanino ou húmus) pode estar presente nas argilas, no entanto a sua influência na plasticidade é polêmica. A

matéria orgânica pode funcionar como uma “cola” capaz de promover a aderência e aumentar a coesão após secagem (contribuindo assim para uma maior trabalhabilidade), mas limitando a mobilidade das lamelas (influenciando negativamente a plasticidade) (RIBEIRO *et al.*, 2004).

### **3.3. Caracterização das Argilas**

Como acontece para todos os sistemas industriais, a caracterização das matérias primas, a análise das massas, e os ensaios realizados nos produtos finais, devem ser tratados como etapas essenciais no processamento de materiais cerâmicos, para garantir elevada produtividade e consistência na qualidade dos produtos acabados. Assim, é muito importante a caracterização das matérias primas, a fim de se ter conhecimentos que contribuam para a obtenção de produtos que apresentem propriedades em conformidade com as normas técnicas (SILVA *et al.*, 2010).

As matérias primas empregadas na fabricação de peças cerâmicas, ou seja, as argilas são compostas normalmente por diferentes espécies mineralógicas que se misturaram durante o processo de formação. Devido a este fator, suas propriedades dependem da natureza dos minerais presentes, do seu estado de degradação e de suas proporções (BARBA *et al.*, 1997).

Existem diversas técnicas que podem ser utilizadas para caracterização de argilas, as mais usuais são: análise química, análise mineralógica, análise granulométrica, análise térmica, dentre outras.

#### **3.3.1. Análise Química**

A análise química consiste em determinar a composição de uma matéria prima, fornecendo os percentuais de óxidos presentes e também os valores de perda ao fogo (EMILIANI & CORBARA, 1999).

A análise química pode ser realizada através de métodos químicos ou físicos. Os métodos químicos geralmente são através de reações de precipitação seletiva e reações de formação de complexos corantes. Os métodos físicos podem ser através de espectrofotometria ou ainda por fluorescência de raios X (GRUN, 2007).

De uma maneira simplificada, a interpretação de uma análise química de uma matéria prima argilosa segundo Más (2002) pode ser descrita abaixo:

- óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) e potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ): presentes geralmente na forma de feldspatos, são fundentes e conferem resistência mecânica quando sinterizados entre 950 e 1000°C;
- óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) e magnésio ( $\text{MgO}$ ): são agentes fundentes e tendem a diminuir a refratariedade das peças, indicam a presença de calcita, dolomita e massas calcáreas que requerem moagem e temperaturas de sinterização aproximadamente a 1100°C;
- sílica ou óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ): indica a presença de silicatos e sílica livre. Os silicatos são os argilominerais, as micas e os feldspatos. A sílica livre corresponde ao quartzo;
- alumina ou óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ): está em sua maior parte combinada, formando os argilominerais (SOUZA SANTOS, 1975);
- óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ): responsável pela coloração vermelha ou amarelada na maioria das argilas, reduz a plasticidade, mas também diminui a retração e facilita a secagem. Também diminui a resistência mecânica, mas o pouco que funde na sinterização proporciona dureza ao vidrado (BITENCOURT, 2004).
- óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ): desvia a cor para um tom alaranjado;
- óxido de enxofre ( $\text{SO}_3$ ): pode indicar a presença de gesso;
- óxido de manganês ( $\text{MnO}_2$ ): altera a cor para marrom;
- carbonatos: ajudam no branqueamento das peças, diminuem a expansão e aumentam a porosidade;
- perda ao fogo: é a diminuição de peso, até um valor constante, que indica uma perda de material devido ao aumento de temperatura. Basicamente indica o teor de matéria orgânica presente na argila e a quantidade de gás e vapor que são formados durante o aquecimento, resultantes da decomposição dos carbonatos.

São encontrados na literatura vários trabalhos envolvendo a determinação da composição química de argilas para cerâmica vermelha (SANTANA *et al.*, 2010 & SILVA *et al.*, 2010).

### **3.3.2. Análise Mineralógica**

A composição mineralógica de um determinado material é definida pelo tipo e pela quantidade dos minerais existentes. Pode ser determinada através da análise mineralógica racional, que combina a composição química quantitativa com a determinação dos minerais encontrados na amostra (DRX, por exemplo) (VARELA, 2004).

A composição mineralogia da argila é bastante complexa, sendo constituída por compostos de sílica, alumina e água. Os minerais presentes na composição da matéria prima dos materiais cerâmicos são responsáveis pelas características típicas, como coesão, plasticidade, trabalhabilidade e resistência mecânica a seco e pós-queima. As argilas são diferenciadas umas das outras, principalmente por associação de elementos químicos de natureza diversa e distribuição granulométrica (OLIVEIRA *et al.*, 2000).

A técnica de difração de raios X tem sido amplamente utilizada para a determinação de fases cristalinas em materiais cerâmicos. O estudo da composição mineralógica é de fundamental importância no entendimento das propriedades tecnológicas dos produtos de base argilosa. Em argilas, a grande quantidade de quartzo e seu elevado grau de orientação dificultam a identificação e caracterização das demais fases presentes. Além da possibilidade da identificação das fases minerais presentes, também são possíveis estudar as características cristalográficas desses minerais (ANDRADE, 2009).

Na literatura são encontrados vários estudos envolvendo a determinação da composição mineralógica de argilas para cerâmica vermelha (PÉREZ *et al.*, 2010 & SILVA *et al.*, 2011).

### **3.3.3. Análise Granulométrica**

A granulometria é uma das características mais importantes dos minerais argilosos e que influi em muitas das suas propriedades. Na fabricação de cerâmica, propriedades da argila como: plasticidade, permeabilidade, resistência antes e depois da secagem dos corpos, são estritamente ligadas a forma e a dimensão dos grãos que compõe a matéria prima (MOREIRA & ALMADA, 2008).

A dispersão do tamanho do grão na argila é contínua, contudo maiores quantidades de finos e grossos e menores quantidades de grãos médios favorecem o empacotamento denso e a resistência elevada. As argilas possuem uma elevada superfície específica; característica esta muito importante na indústria cerâmica, em que a interação sólido-fluido depende diretamente da superfície do sólido (GOMES, 1988).

A análise granulométrica consiste na determinação das dimensões das partículas que constituem as amostras (presumivelmente representativas dos sedimentos) e no tratamento estatístico dessa informação. Basicamente, o que é necessário fazer, é determinar as dimensões das partículas individuais e estudar a sua distribuição, quer pelo peso de cada classe dimensional considerada, quer pelo seu volume, quer ainda pelo número de partículas integradas em cada classe. Na realidade, estas três formas têm sido utilizadas (DIAS, 2004).

O Diagrama de Winkler, o qual será apresentado mais adiante, orienta-nos no estudo da composição granulométrica das massas cerâmicas empregadas na fabricação dos produtos da cerâmica vermelha.

#### **3.3.4. Análise Térmica**

Engloba uma série de técnicas nas quais as propriedades físicas de uma substância e/ou seus produtos de reação são medidas de forma contínua em função da temperatura em um ciclo térmico controlado (BARBA *et al.*, 1997).

Uma das técnicas de análise térmica é a análise térmica diferencial (DTA) que tem como principal função indicar através de picos endotérmicos ou exotérmicos a comprovação da existência de minerais essenciais às argilas e que influenciam as propriedades finais da peça (SILVEIRA & SALLET, 2002).

O método de análise térmica diferencial (DTA) é de uso corrente no Brasil no estudo de argilas, visando principalmente à identificação dos argilominerais presentes. No caso de argilas plásticas para uso em cerâmica vermelha é tradicional o uso de DTA para identificação mineralógica (SOUZA SANTOS, 1989).

Esta técnica permite observar as transformações que geram trocas energéticas, devido a fenômenos físicos ou químicos. Estas trocas energéticas podem ser endotérmicas (onde ocorre absorção de calor) ou exotérmicas (onde ocorre liberação de calor). Para cada troca energética, aparece um pico no gráfico, e

de acordo com a temperatura desses picos e sua direção, pode-se identificar o mineral, ou a transformação ocorrida com a amostra (GRUN, 2007).

Outra técnica bastante utilizada é a análise termogravimétrica (TG) que determina a perda ou ganho de massa que uma amostra sofre em função da temperatura e/ou tempo (BARBA *et al.*, 1997). A amostra é aquecida de maneira controlada, até uma temperatura pré-determinada, com velocidade constante. Este método de análise complementa a análise térmica diferencial por fazer distinção entre as reações onde ocorre perda de massa e as reações onde não ocorre.

De uma maneira geral os argilominerais apresentam características de comportamento térmico semelhantes, como perda de água e transformações de fases. Em virtude disso, a seguir temos um "roteiro" do comportamento de uma argila em diferentes temperaturas (GRUN, 2007):

- Existem dois tipos de água: a água da umidade, que evapora por volta de 100°C e a água interna do cristal, que é eliminada entre 550°C e 600°C. Durante a saída de água de umidade o forno funciona como um secador. A 500°C ainda existem moléculas de água compondo a estrutura dos argilominerais e que não foram afetadas na etapa de secagem. No momento exato em que perder essa água de constituição, as propriedades argilosas associadas à plasticidade serão perdidas de modo irreversível. Entre 550°C e 600°C essa água é eliminada. Apenas acima desta temperatura pode ser identificada como o início efetivo da sinterização, fica registrada como uma absorção de calor (um pico endotérmico no ensaio de DTA);
- Entre 560°C e 580°C pode haver uma variação dimensional considerável devido à presença de sílica livre na forma de quartzo na composição das matérias primas, como resultado disso podem surgir trincas durante o resfriamento. Entre 850°C e 1000°C ocorre a decomposição dos carbonatos, eles se transformam em óxido de cálcio e não reagem com os silicatos;
- Acima de 900°C os fundentes (óxidos de potássio, sódio e ferro, entre outros) formam fase líquida. No resfriamento esta fase líquida solidifica formando "pontos de solda" entre as partículas cristalinas. Podemos imaginar a sinterização do corpo cerâmico como a formação de "soldas internas" entre as partículas cristalinas. Na fase anterior as partículas estavam ligadas pela plasticidade;

- 1
- Às vezes existem sais no material cerâmico em forma de eflorescências brancas. Os materiais salinos são bem diferentes dos silicatos cerâmicos. Acima de 950°C, os sais em parte se volatilizam pela chaminé, em parte reagem com os silicatos. Assim os sais solúveis acabam sendo eliminados com o aumento da temperatura. Acima de 950°C ocorre a volatilização da maioria dos sais. Existe uma relação da temperatura de sinterização e o aparecimento das eflorescências, ou seja, temperaturas de sinterização inferiores a 900°C favorecem a sua formação;
  - A partir de 1000°C os argilominerais se reorganizam em novas estruturas cristalinas. A queda da absorção de água evidencia o preenchimento dos poros.

São encontrados na literatura trabalhos envolvendo o estudo das curvas de TG e DTA de argilas para cerâmica vermelha (ANDRADE *et al.*, 2011 & MACEDO *et al.*, 2008).

### 3.3.5. Avaliação da Plasticidade

É definida como a propriedade do material que permite a ele ser deformado através de uma força sem sua ruptura e manter sua forma após a remoção desta força. Esta característica é fundamental no processo de fabricação sendo responsável pela modelagem das peças (MOREIRA & ALMADA, 2008).

A plasticidade de uma massa cerâmica está associada principalmente à fração argilosa que a compõe. Esta propriedade é influenciada por muitos fatores, como formação geológica da argila, fases mineralógicas presentes, quantidade de trabalho que a mistura foi submetida, a tempo de contato da argila com água, temperatura, quantidade de água e presença de eletrólitos. A avaliação da plasticidade da argila é feita indiretamente através da medição de outras propriedades, para as quais vários instrumentos têm sido recomendados (CURTO *et al.*, 2004).

Quando se trata de avaliar a adaptação de uma massa plástica a determinado processo de conformação, o termo *trabalhabilidade* é usado frequentemente como sinônimo de *plasticidade*. De fato, em termos práticos, podemos definir dois tipos diferentes de plasticidade: “boa” e “má”. Se a massa se adapta perfeitamente a um

processo específico de conformação, define-se a plasticidade como “boa”; por outro lado, se a massa ao ser conformada origina defeitos no produto ou demonstra dificuldades na conformação, a plasticidade é considerada como “má” (CARTY & LEE, 1996).

A plasticidade também depende de fatores intrínsecos à própria massa, tais como: os diferentes tipos de minerais argilosos existentes na massa, a própria granulometria das partículas envolvidas e o hábito ou forma dos cristais. As argilas com composições mineralógicas diferentes apresentam comportamentos plásticos diferentes, embora os seus teores de água possam ser iguais.

Entre as propriedades de maior influência na plasticidade temos a composição mineralógica e a granulométrica, sendo que a plasticidade será maior em argilas com maior teor em minerais argilosos e maior percentagem de partículas finas (GOMES, 1988).

A relação quantitativa entre materiais plásticos, principalmente argilominerais, e materiais não plásticos como o quartzo e outros deve ser tal que confira à massa argilosa a plasticidade necessária para a conformação e dê à peça confeccionada resistência mecânica estando esta úmida ou seca (PEREIRA *et al.*, 2011).

A determinação experimental da plasticidade de uma massa argilosa dependerá, em alguns casos, da maior ou menor habilidade do operador, sendo a comparação de resultados entre os diferentes ensaios problemática.

Existem, no entanto, alguns testes e ensaios que nos auxiliam na indicação da zona de máxima plasticidade de uma determinada argila em concordância com o teor de água sugerido a amostra. Assim os métodos de Pfefferkorn e Atterberg são largamente usados para determinação da plasticidade de argilas, orientando sob medida no uso adequado destes materiais, auxiliado ainda, por ensaios de granulometria que com o uso do diagrama de Winkler nos permite a adequação destes materiais de acordo com a quantidade de partículas, mais ou menos finas, conforme for à necessidade requerida ao produto final (SANTANA *et al.*, 2011).

Na literatura são encontrados vários estudos envolvendo os métodos de determinação de plasticidade das argilas (SANTANA *et al.*, 2010 & SANTANA *et al.*, 2011).

### **3.3.5.1. Índice de Plasticidade de Atterberg**

Em geral uma massa mais plástica aceita mais água até fluir (comportamento de uma barbotina). Isto significa que uma argila mais plástica precisa de mais água, para desenvolver a plasticidade, do que outra menos plástica. Este é o fundamento de índice de plasticidade de Atterberg. Quando pequenas quantidades de água são adicionadas, pouco a pouco, a uma massa seca, alcança-se inicialmente um estado em que esta começa a apresentar alguma coesão. Este estado corresponde à quantidade mínima de água requerida para formação de um filme estável envolvendo cada partícula argilosa. Se continuar a ser adicionada mais água, a massa plástica torna-se cada vez mais mole, alcançando-se um estado em que começa a fluir sob ação do seu próprio peso (passa a comportar-se como uma barbotina) (RIBEIRO *et al.*, 2003).

Atterberg dividiu os valores da umidade que uma argila pode apresentar em limites de retração, plasticidade e liquidez, correspondentes à transição entre os estados sólido, plástico e líquido. A diferença entre os limites de liquidez e de plasticidade é o índice de plasticidade de Atterberg, o qual informa quanto à amplitude da faixa de plasticidade (ORTIGÃO, 1995).

As características de plasticidade (limite de liquidez, limite de plasticidade e índices de plasticidade) ou limites de Atterberg, como são conhecidos, são determinados pelo método de Casagrande, conforme as normas técnicas da ABNT NBR 6459 e NBR 7180 (1984).

### **3.3.5.2. Índice de Plasticidade de Pfefferkorn**

O método de Pfefferkorn avalia a plasticidade, de uma massa ou de uma argila, medindo o grau de deformação sofrido por um corpo de prova cilíndrico, sujeito à queda de um punção de uma altura constante e com um peso bem definido (1,192kg). Para esse efeito fazem-se diversos ensaios sobre amostras da mesma massa com diferentes teores de água (RIBEIRO *et al.*, 2003).

O coeficiente de plasticidade determinado por este método corresponde à porcentagem de água contida na amostra submetida a uma compressão igual a 30% a sua altura inicial. Assim se a altura após deformação, que Pfefferkorn chamou de fator de proporcionalidade, for menor que 2,5, implicará numa massa de difícil

trabalhabilidade e demasiadamente seca, contudo se este for superior a 4 a massa cerâmica estará muito pastosa. Já que o fator de proporcionalidade ideal deverá se encontrar na faixa de valores 2,5 até 4,5, e que a água contida pode em consequência apresentar algumas variantes, o ponto ideal de plasticidade será sobre um fator médio de 3,3.

### **3.4. Processo Produtivo**

O processo produtivo consiste numa série de operações onde as matérias primas passam por uma sequência de processamento, adquirindo em cada etapa novas propriedades ou alterando suas características físicas e químicas até a obtenção do produto final. Dentre as principais etapas do processo produtivo, destaca-se a formulação de massas, a qual é uma etapa de pesquisa associada a vários testes até o desenvolvimento de uma massa cerâmica adequada à produção industrial.

#### **3.4.1. Formulação de Massa Cerâmica**

O termo massa cerâmica corresponde a uma mistura de matérias primas preparadas para a fabricação de um produto cerâmico. As massas cerâmicas tradicionais são denominadas de acordo com características particulares, tais como cor, textura e conformação (CORREIA, 2004).

As massas empregadas na produção de peças da cerâmica vermelha podem ser conformadas a partir da mistura de uma única argila com água, massa simples, ou podem conter uma mistura de argilas e água, massa composta. As argilas possuem na sua composição materiais acessórios, e dependendo do tipo e da quantidade destes é necessário fazer uma correção da plasticidade da argila, para que seja obtida uma massa que apresente trabalhabilidade adequada e produza peças com resistência ao manuseio e boa permeabilidade (SANTANA *et al.*, 2010).

Ao se tratar de aplicações em cerâmicas estruturais, a sua composição mais comum é de uma massa triaxial. As massas cerâmicas triaxiais são compostas em geral por argilas plásticas, argilas arenosas e desplastificantes. Cada um destes componentes desempenha importante papel dentro da composição do material cerâmico, no entanto, as argilas plásticas representam importância estrutural da

peça, já que destas, dependem a trabalhabilidade e resistência mecânica a verde, além disso, as argilas plásticas agem como um aditivo orgânico, atuando como um ligante (SANTANA *et al.*, 2011).

A indústria cerâmica possui uma massa para cada produto. Essa massa estabelece a proporção, em peso ou volume, das diversas matérias primas utilizadas. Uma boa massa deve ser facilmente processada, resultar em um produto com as características desejadas e ter um baixo custo de produção. Entretanto, sendo as matérias primas utilizadas de origem natural, é inevitável que suas características variem com o tempo (MELCHIADES *et al.*, 1997).

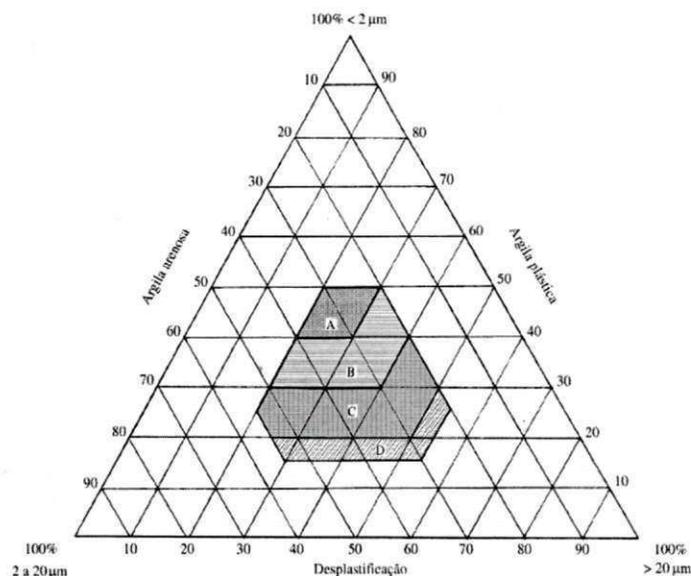
É comum que a escolha das matérias primas e a formulação da massa cerâmica utilizada sejam feitas de forma empírica, sem conhecimento técnico, de modo a proporcionar determinadas características mecânicas antes e após o processo de queima para alcançar um aparentemente bom desempenho do produto acabado. Sendo que, o processo industrial para a fabricação de produtos cerâmicos compreende várias etapas que começam com a escolha das matérias primas e a preparação da massa cerâmica, a qual irá sofrer diversas transformações físico-químicas até alcançar as propriedades finais desejadas (PÉREZ *et al.*, 2010).

Difícilmente uma única matéria prima fornecerá sozinha a melhor estrutura interna e qualidade possível à massa cerâmica, por tanto, o conhecimento das características de composição das matérias primas pode permitir estabelecer a proporção das mesmas para a preparação da massa. Por outro lado, duas massas cerâmicas com a mesma composição podem se comportar de modos diferentes se processados de formas distintas tornando-se necessária a caracterização tecnológica da mesma para avaliar o seu comportamento e poder diagnosticar se ela é indicada para a fabricação de um determinado produto cerâmico (PÉREZ *et al.*, 2010).

Alguns autores utilizam as propriedades das argilas como base para a formulação de misturas, como Pracidelli e Melchiades (1997), que utilizaram a composição granulométrica através do diagrama de Winckler (Figura 1). Segundo eles para cada produto há uma distribuição granulométrica que parece ser a mais adequada e uma massa cerâmica não pode ser constituída somente de argilas plásticas, porque apresenta grandes dificuldades no processamento, desde a conformação das peças, incluindo ainda a secagem e a sinterização. A solução

destes problemas é fazer uma composição granulométrica adequada, dosando-se grãos finos, médios e grossos.

Figura 1 – Diagrama de Winckler.



Fonte: SOUZA *et al.*, 2002.

A Tabela 1 apresenta as composições granulométricas dos produtos, de acordo com o Diagrama de Winckler mostrado na Figura 1.

Tabela 1 - Composição granulométrica dos produtos da cerâmica vermelha.

Regiões	Composição granulométrica (%)		
	< 2μm	2 a 20μm	> 20μm
A. Materiais de qualidade com dificuldade de produção	40 a 50	20 a 40	20 a 30
B. Telhas, capas	30 a 40	20 a 50	20 a 40
C. Tijolos furados	20 a 30	20 a 55	20 a 50
D. Tijolos maciços	15 a 20	20 a 55	25 a 55

Fonte: PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997.

Um dos aspectos que chama a atenção nos trabalhos envolvendo composição granulométrica, é que a maioria deles parte de uma massa pré-

estabelecida, normalmente já utilizada, e tem como objetivo a otimização desta massa através de pequenas variações (GRUN, 2007).

As empresas de cerâmica vermelha utilizam na formulação das massas diferentes tipos de argilas, com distintas características físicas e mineralógicas. Uma massa cerâmica não pode ser constituída apenas por argila muito plástica, a adição de outros materiais não plásticos, chamados de desplastificantes (ou reguladores de plasticidade) favorecem a obtenção de massas com plasticidade adequada ao processamento (SILVA *et al.*, 2011). Para isto, tanto quanto dispor do teor adequado das micropartículas de argilas quanto à quantidade de água presente no material tem importância equivalente na formulação de uma consistência cerâmica com propriedades tecnológicas ideais (SANTANA *et al.*, 2011).

O setor de cerâmica vermelha utiliza a chamada massa monocomponente, composta, basicamente, por argilas, sem a adição de outras substâncias minerais. A formulação da massa é geralmente feita de forma empírica pelo ceramista, por meio da mistura de uma argila “gorda”, caracterizada pela alta plasticidade, granulometria fina e composição essencialmente de argilominerais, com uma argila “magra”, rica em quartzo e menos plástica, que pode ser caracterizada como um material redutor de plasticidade e que permite a drenagem adequada das peças nos processos de secagem e queima. Por meio dessa mistura, busca-se a composição de uma massa que tenha certas funções tecnológicas essenciais, tais como (JÚNIOR *et al.*, 2012):

- a) plasticidade: propiciar a moldagem das peças;
- b) resistência mecânica da massa verde e crua: conferir coesão e solidez às peças moldadas, permitindo a sua trabalhabilidade na fase pré-queima;
- c) fusibilidade: favorecer a sinterização e, conseqüentemente, a resistência mecânica e a diminuição da porosidade;
- d) drenagem: facilitar a retirada de água e a passagem de gases durante a secagem e queima, evitando trincas e dando rapidez ao processo; e
- e) coloração das peças: atribuir cores às cerâmicas por meio da presença de corantes naturais (óxidos de ferro e manganês).

### **3.4.2. Conformação**

A etapa de conformação é fundamental, uma vez que é nesta que o material adquire a forma e características estruturais pretendidas (FREITAS *et al.*, 2009). A

indústria de cerâmica vermelha do Brasil utiliza processos manuais ou mecânicos de moldagem para fabricação de telhas e blocos, sendo estes por extrusão, o mais usado, ou por prensagem.

#### **3.4.2.1. Extrusão**

A extrusão é um método de conformação amplamente empregado, onde uma massa plástica rígida é “empurrada” através de uma boquilha para formar uma barra de seção constante. A máquina utilizada é uma extrusora de vácuo também conhecida como “maromba”. A extrusora possui um caracol de forma helicoidal, que vai empurrando a massa, que é cortada em tamanhos pré-determinados (GRUN, 2007).

De um modo geral, pode-se afirmar que argilas gordas com elevada plasticidade, deslizam melhor sobre a superfície da hélice, traduzindo-se numa maior pressão e, conseqüentemente, numa melhor homogeneização e compactação da massa argilosa na zona de saída (boquilha). Por outro lado, argilas magras, de baixa plasticidade, grão áspero e elevado atrito, devem ser utilizadas na fabricação de peças com grande seção de saída, o que pressupõe menor travamento no molde e menor pressão de extrusão (MACEDO *et al.*, 2011).

As principais vantagens da utilização da extrusão são o seu baixo custo e a possibilidade de produzir formatos diversos bem como peças de comprimentos elevados. Tem como inconvenientes o fato de promover a orientação das partículas e de necessitar de uma operação de remoção do ligante utilizado, na cerâmica tradicional, a água (DEGARMO *et al.*, 2003).

#### **3.4.2.2. Prensagem**

A prensagem é uma etapa do processamento cerâmico que envolve a compactação da massa cerâmica, confinada num molde rígido, por uma pressão aplicada ao longo de uma direção através de um punção metálico. Uma tensão é transmitida à massa cerâmica provocando deformação do granulado por deslizamento e rearranjo das partículas. Essas deformações reduzem a porosidade e aumentam o número de contatos inter-granulares.

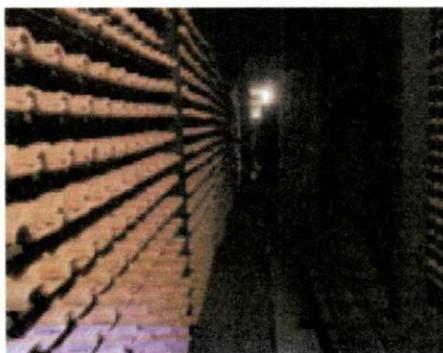
### 3.4.3. Secagem

A secagem é uma etapa bastante delicada e complexa no processo de fabricação de cerâmica vermelha. É comum nesta etapa ocorrerem defeitos de secagem nas peças e que são perceptíveis somente após queima. A compreensão dos mecanismos envolvidos na secagem permite, por exemplo, uma melhor compreensão dos defeitos e da forma de como evitá-los (VIEIRA *et al.*, 2003).

O objetivo da secagem é o de eliminar a água, utilizada na etapa de conformação, necessária para a obtenção de uma massa plástica (VIEIRA *et al.*, 2003). Devido à complexidade de formas das peças, a etapa de conformação utiliza uma quantidade de água relativamente alta, entre 16 e 26% dependendo das matérias primas utilizadas (MÁS, 2002). A eliminação de água ocorre por evaporação através do aporte de calor, efetuado mediante uma corrente de ar (BARBA *et al.*, 1997).

A secagem pode ser realizada de duas formas: secagem natural ou secagem artificial. Na secagem natural, conforme mostra a Figura 2, as peças são dispostas em prateleiras, em galpões cobertos, e secas pelo ar ambiente. Em algumas indústrias essas prateleiras são próximas aos fornos, acelerando a secagem. (FONSECA *et al.*, 1994).

Figura 2 – Vagonetes, secagem natural.



Fonte: TELHAS LOPES, 2012.

Na secagem artificial (Figura 3), as peças são colocadas em estufas, que geralmente recuperam gases quentes dos fornos ou utilizam fonte própria de calor através de uma fornalha, atingindo temperaturas em torno de 80°C. Há controle sobre a secagem e existe uma maior homogeneidade das peças. O tempo de

permanência do material nessas estufas é de um a dois dias (FONSECA *et al.*, 1994).

Figura 3 – Estufa, secagem artificial.



Fonte: SILVA & COSTA, 2007.

A secagem em galpão é a mais utilizada pelas olarias. As perdas durante o processo de secagem giram em torno de 5%. Após a secagem, o produto deve ter resistência suficiente para possibilitar a sua manipulação, o acabamento e o transporte até a queima (SOARES *et al.*, 2004).

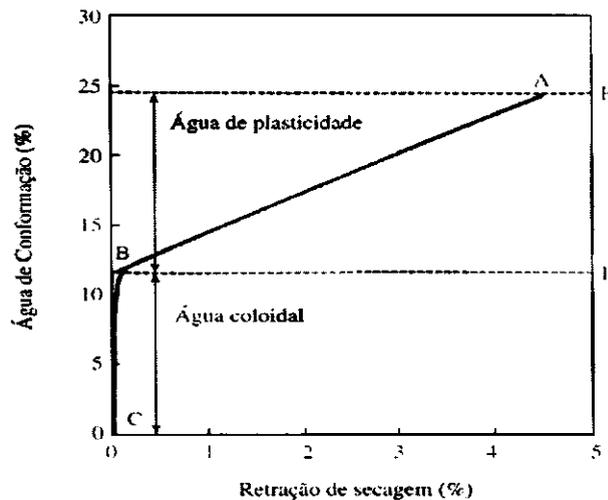
A retração que as peças de cerâmica vermelha sofrem durante a etapa de secagem é um parâmetro de grande importância tecnológica. Durante a secagem são geradas tensões que podem levar ao aparecimento de defeitos que comprometem a qualidade das peças. A evolução da retração linear de secagem em função da perda de água de conformação é representada através da chamada curva de Bigot (BARBA *et al.*, 1997 & OLLER, 1981). Assim, a curva de Bigot é uma representação gráfica da percentagem de água de conformação em função da retração de secagem. O conhecimento desta curva auxilia no estabelecimento de um ciclo de secagem. Isto permite otimizar o tempo de forma que as peças não apresentem defeitos e, por outro lado, não permaneçam secando por tempos demasiadamente longos o que implicaria em aumento de custo.

#### **3.4.3.1. A Curva de Bigot**

A Figura 4 mostra uma típica curva de Bigot (OLLER, 1981 & BELTRAN *et al.*, 1995) que descreve a evolução da retração de secagem em função da perda de água de conformação. O ponto (A) representa, na ordenada (ponto E), a quantidade

de água de umidade que as peças apresentam no início da etapa de secagem. Na abscissa, pode-se obter a retração total de secagem que irá ocorrer. A linha (A-B) representa a primeira fase de secagem com eliminação de água de plasticidade, localizada entre as partículas. Esta é a fase mais problemática na etapa de secagem já que a eliminação de água entre partículas é acompanhada de retração. Conforme já mencionado anteriormente, com a retração de secagem aumenta-se o risco de aparecimento de defeitos. A linha (B-C) representa a segunda fase de secagem caracterizada pela eliminação de água intersticial. Teoricamente, o ponto (B) deveria situar-se no eixo da abscissa, indicando ausência de retração de secagem quando se iniciar a eliminação de água intersticial.

Figura 4 – Variação da retração de secagem em função da água de conformação – curva de Bigot.



Fonte: OLLER, 1981 & BELTRAN *et al.*, 1995.

#### 3.4.4. Queima

A queima é a fase mais importante do processo cerâmico, pois é nela que o material adquire as propriedades adequadas ao seu uso, como dureza, resistência mecânica, resistência às intempéries e agentes químicos (SILVA & COSTA, 2007).

O processo de queima de uma argila (ou um corpo argiloso) é importante para que se possa obter um produto final com as propriedades desejadas. O comportamento das diferentes matérias primas frente à ação do calor irá definir, em muitos casos, a tipologia de produto a serem fabricadas, suas características

técnicas e as variáveis de queima empregadas, isto é, temperatura máxima de queima e duração do ciclo de queima (PINTO *et al.*, 2005).

Nessa fase, ocorre a aglomeração das partículas, formando uma massa coesa pela sinterização, que traz como consequência ao produto cerâmico a redução de sua área específica total, redução no volume aparente total e aumento da resistência mecânica (SILVA & COSTA, 2007). O objetivo principal da sinterização é consolidar o formato definido pela operação de conformação. Para isso, a massa é formulada de modo que durante as temperaturas mais elevadas parte da massa se transforme em um líquido viscoso que escorre e ocupa os espaços vazios entre as partículas mais refratárias e dessa forma reduz a porosidade e provoca a aproximação das partículas, o que leva à retração. Durante o resfriamento, esse material líquido se transforma em um vidro que liga as partículas mais refratárias e aumenta a resistência mecânica da peça (MELCHIADES *et al.*, 1996).

As peças da cerâmica vermelha são submetidas a um tratamento térmico a temperaturas elevadas, que para a maioria dos produtos cerâmicos situa-se entre 800 a 1000°C, em fornos contínuos ou intermitentes que operam em três fases:

- aquecimento da temperatura ambiente até a temperatura desejada;
- patamar durante certo tempo na temperatura especificada;
- resfriamento a temperaturas inferiores à 200°C.

O ciclo de sinterização compreendendo as três fases, dependendo do tipo de produto, pode variar de alguns minutos até vários dias. Durante esse tratamento ocorre uma série de transformações em função dos componentes da massa, tais como: perda de massa, desenvolvimento de novas fases cristalinas, formação de fase vítrea e a soldagem dos grãos. Embora o controle durante esta etapa seja fundamental para reduzir as perdas e obter um produto final de qualidade, poucas empresas o realizam, acarretando perdas da ordem de 5% (GRUN, 2007).

A inclusão da queima rápida nos produtos da indústria de cerâmica estrutural ou vermelha é atualmente o mais importante processo de inovação em estudo para otimização do processo de queima desse setor (DRUTA *et al.*, 2009).

Os fornos mais utilizados em cerâmica vermelha são os intermitentes e contínuos. O forno intermitente é o tipo de forno mais antigo e mais utilizado por pequenas e médias indústrias cerâmicas. O forno contínuo é o tipo mais moderno e

é mais usado por grandes indústrias cerâmicas. As peças são colocadas em vagões que se movimentam ao longo do forno, que é subdividido em zonas de pré-aquecimento, queima e resfriamento (SILVA & COSTA, 2007).

Comparativamente aos fornos intermitentes, os fornos contínuos são mais econômicos e produtivos, mas possuem um custo de implantação maior, sendo mais comuns em indústrias de grande produção. Nestes fornos as perdas para aquecimento da estrutura tornam-se negligenciáveis, uma vez que o forno opera praticamente em regime permanente (POSSES, 2011). A Figura 5 mostra a entrada e saída do material (telhas) em um forno contínuo.

Figura 5 – Entrada e saída do material (telhas) em um forno contínuo.



Fonte: TELHAS LOPES, 2012.

### 3.5. Telhas Cerâmicas

A indústria da cerâmica é umas das mais antigas do mundo, em vista da facilidade de fabricação e abundância de matéria prima (DANTAS *et al.*, 2006).

Atualmente os produtos cerâmicos são amplamente utilizados, isto ocorre devido as suas características físicas, térmicas, acústicas, mecânicas, a facilidade e rapidez na execução, boa aparência, custos reduzidos quando comparado a outros métodos construtivos, e grande durabilidade, pois são quimicamente estáveis (MOREIRA & ALMADA, 2008).

Os dois principais produtos que representam a indústria da cerâmica vermelha são os blocos cerâmicos e as telhas, os quais ocupam um papel importante e de destaque na construção civil.

As telhas cerâmicas são componentes utilizados para coberturas, onde são empregadas praticamente em todas as regiões do país, apresentando variadas conformações e características técnicas. Estas, geralmente, são constituídas por argilas quaternárias recentes do tipo caulinita e/ou illita associada à matéria orgânica e geralmente contém elevados teores de óxidos de ferro, devendo-se usar a matéria prima melhor selecionada e preparada, face às características que deverão ser compatíveis com a utilização do produto (RIBEIRO *et al.*, 2010).

Existem diversos tipos de telhas que variam de região para região, causando despadronização do produto no mercado. Aspectos importantes como absorção de água, impermeabilidade, resistência e outras propriedades são desconsideradas pela maioria dos fabricantes (SELHORST, 2001).

Superfícies lisas para facilitar o escoamento das águas, inexistência de fissuras, microfissuras, esfoliações, quebras, rebarbas ou qualquer defeito que prejudique o perfeito encaixe entre os componentes são algumas das muitas especificações que o produto tem que obedecer. Telhas cerâmicas em conformidade apresentam parâmetros máximos e mínimos para dimensões, formas, resistência, impermeabilidade, absorção de água etc, dada por um conjunto de normas que se complementam entre si designadas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ANDRADE, 2009).

A telha tipo capa e canal é um dos tipos mais difundidos entre as empresas produtoras, constituída por peças côncavas (canais) e convexas (capas) que se recobrem longitudinalmente e transversalmente. As principais subclassificações desse tipo são as telhas coloniais, plan e paulista. Além da telha capa canal, existem outros tipos, dentre as quais se destaca a telha portuguesa e romana com seus respectivos rendimentos (ANDRADE, 2009).

Ao longo dos anos, têm surgido muitos produtos alternativos à telha cerâmica. Porém, constatamos que por mais que surjam novos produtos para coberturas, geralmente são mais caros ou de menor eficiência, sem falarmos nas suas vantagens térmicas e sua incontestável durabilidade, atravessando centenas de anos com a mesma qualidade (RIBEIRO *et al.*, 2010).

Na literatura, há relatos de que na prática ceramista é muito comum a escolha das matérias primas e a formulação de massas cerâmicas de forma empírica, o que dificulta a padronização do produto final, bem como, por exemplo, a utilização de uma massa destinada à produção de blocos cerâmicos na fabricação de telhas, o

que não é adequado. Esta dissertação propõe estudar composições granulométricas visando o desenvolvimento de uma de massa apropriada para a fabricação de telhas com propriedades tecnológicas adequadas.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

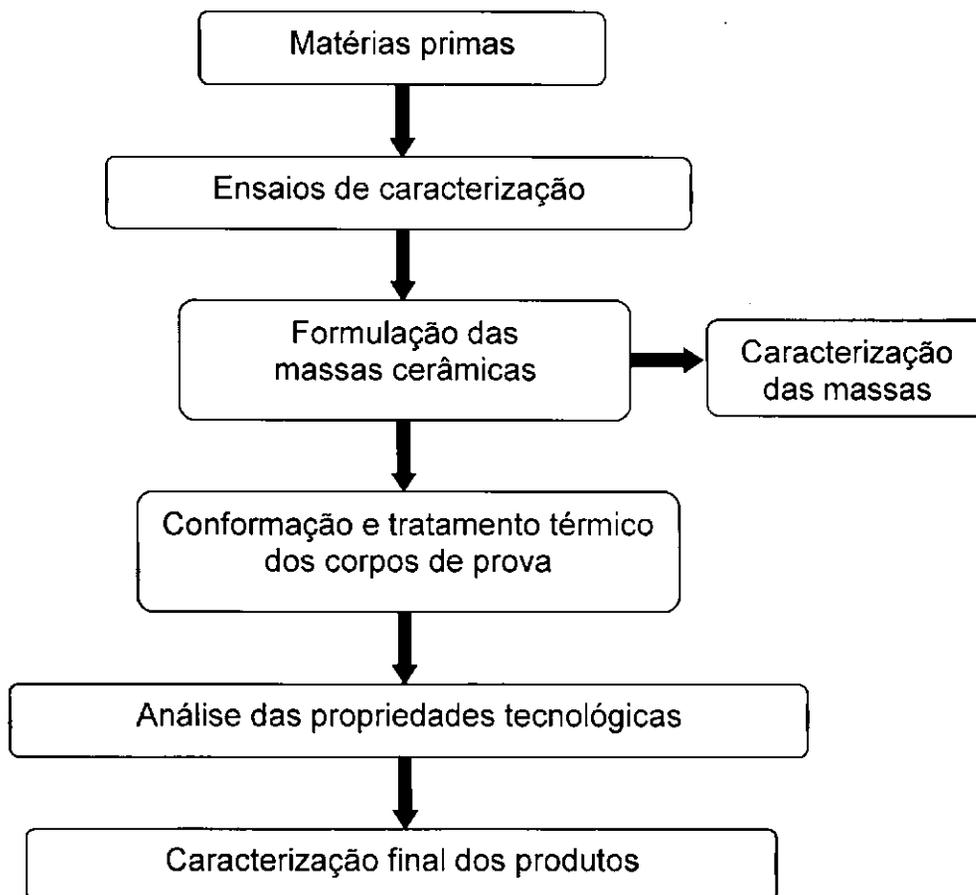
### 4.1. Materiais

Para desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas argilas fornecidas por uma indústria de cerâmica vermelha do Estado da Paraíba, respectivamente identificadas por A1, A2, A3, A4 e A5.

### 4.2. Métodos

A metodologia utilizada para o desenvolvimento da pesquisa consistiu nas etapas mostradas e descritas no Fluxograma da Figura 6 a seguir.

Figura 6 – Fluxograma geral das etapas do trabalho.



Todas as análises foram realizadas nas dependências dos laboratórios de materiais cerâmicos da UAEMA/CCT/UFCG.

#### **4.2.1. Coleta e preparação das amostras**

A coleta e a preparação das amostras de argilas naturais foram realizadas seguindo a metodologia descrita em Souza Santos (1992).

#### **4.2.2. Caracterização das matérias primas**

As argilas foram submetidas a ensaios de caracterização através das técnicas de análise química, análise mineralógica, análise granulométrica, análise térmica e determinação do índice de plasticidade.

##### **4.2.2.1. Análise química**

Depois de secas a 110°C em estufa, as argilas foram beneficiadas em moinho de galga, em seguida foram passadas em peneira ABNT nº 200 (0,074mm) e submetidas a análise química por fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDX), utilizando um equipamento da marca SHIMADZU, modelo EDX-720.

##### **4.2.2.2. Análise mineralógica**

As análises mineralógicas por difração de raios X das argilas na forma de pó, passadas em peneira ABNT N° 200 (0,074mm), foram realizadas em equipamento XRD – 6000 da SHIMADZU, com radiação  $\text{CuK}\alpha$ , tensão de 40kV, corrente de 30 mA, passo de 0,02°, tempo de contagem de 0,6s e com varredura entre 5 e 60°.

##### **4.2.2.3. Análise granulométrica**

A análise granulométrica por difração de laser utiliza o método de dispersão de partículas em fase líquida associado com um processo de medida óptico através de difração de laser. Neste método, é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e tamanho de partículas.

Para a realização da análise granulométrica, as argilas foram desaglomeradas e passadas em peneira ABNT nº. 200 (0,074mm). Para defloculação das argilas foi utilizado o hexametáfosfato de sódio como agente

dispersante, e as mesmas foram dispersas em água destilada com ultra-som durante 5 minutos; em seguida, foram analisadas em uma fase líquida, associadas com um processo de medida a laser, em um equipamento da marca CILAS, modelo 1064LD.

#### **4.2.2.4. Análise térmica**

As análises termogravimétricas (TG) e termodiferenciais (DTA) são úteis em processos de produção cerâmica para indicar as faixas de temperaturas onde ocorrem as perdas de massas e as temperaturas em que ocorrem transformações endo e exotérmicas.

As análises térmicas supracitadas foram realizadas com o auxílio do equipamento de análise térmica modelo RB3000 da BP Engenharia, com razão de aquecimento de 12,5°C/min, numa faixa de temperatura entre 25°C até 1.000°C, e o padrão utilizado nos ensaios de DTA foi o óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) calcinado.

#### **4.2.2.5. Determinação do índice de plasticidade das argilas**

O índice de plasticidade foi determinado por dois métodos: Casagrande e de Pfefferkorn. Método de Casagrande - Após secagem em temperatura ambiente, as argilas foram passadas em peneira ABNT nº 80 (0,177mm) e em seguida foram determinados o LL, LP e IP pelo ensaio de Casagrande, segundo recomendações técnicas da ABNT NBR 6459 e NBR 7180 (1984). A avaliação da plasticidade pelo método de Pfefferkorn foi realizada medindo o grau de deformação sofrido pelos corpos de prova cilíndricos, sujeitos à queda de um punção de uma altura constante e com um peso bem definido, empregando-se um plasticímetro de PFEFFERKORN Mod. CT-283 da Servitech. O grau de deformação sofrido pelo corpo de prova é que irá determinar o quanto trabalhável será a matéria prima ou massa em estudo, e é estabelecido pela relação entre a altura inicial e altura final, isto é, após deformação do corpo de prova moldado.

### 4.2.3. Formulação das massas cerâmicas

Foram desenvolvidas de forma empírica formulações de massas cerâmicas de acordo com os valores observados das composições granulométricas das argilas fornecidas por uma indústria de cerâmica vermelha do Estado da Paraíba, utilizando o Diagrama de Winckler como ferramenta de orientação, bem como de acordo com a plasticidade das referidas argilas.

As quatorze formulações desenvolvidas foram originadas a partir da combinação entre as cinco argilas com percentuais diferentes, sempre utilizando a argila A2 como base majoritária por ter apresentado uma composição granulométrica mais próxima da indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas e maior plasticidade, conforme apresenta a Tabela 2.

Tabela 2 – Formulação das massas.

Formulação	A1 (%)	A2 (%)	A3 (%)	A4 (%)	A5 (%)	Total (%)
M1	30	70	—	—	—	100
M2	—	70	30	—	—	100
M3	—	70	—	30	—	100
M4	—	70	—	—	30	100
M5	10	90	—	—	—	100
M6	—	90	10	—	—	100
M7	—	90	—	10	—	100
M8	—	90	—	—	10	100
M9	10	80	—	—	10	100
M10	—	80	10	—	10	100
M11	—	80	—	10	10	100
M12	5	90	—	—	5	100
M13	—	90	5	—	5	100
M14	—	90	—	5	5	100

#### **4.2.3.1. Caracterização das massas cerâmicas**

As massas formuladas foram submetidas a caracterização através da técnica de análise granulométrica. As duas massas selecionadas (M7 e M13), por terem apresentado uma distribuição granulométrica mais próxima da indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas, foram ainda submetidas a ensaios de caracterização através das técnicas de análise química e determinação do índice de plasticidade.

A preparação e a caracterização das massas cerâmicas foram realizadas seguindo a metodologia citada anteriormente.

#### **4.2.4. Conformação e tratamento térmico dos corpos de prova**

Com o objetivo de manter constante o teor de umidade das formulações e da argila A2, a qual também foi selecionada para análise das propriedades tecnológicas, foram adicionados 8% de água para todas as composições e, em seguida, todo material foi vedado em sacos plásticos por um período mínimo de 24 horas, para uma melhor distribuição da umidade.

Em conformidade com a metodologia proposta por Souza Santos (1992), foram confeccionados 60 corpos de prova com uma mistura de 900g para cada uma das duas formulações selecionadas (M7 e M13), bem como para a argila A2, utilizando uma prensa hidráulica de laboratório da SCHWING SIWA e uma matriz de aço de forma retangular com dimensões de 6,0cm x 2,0cm x 0,5cm. Para cada corpo de prova produzido foram utilizadas 12g da massa e uma pressão de compactação uniaxial e de simples efeito de 5 toneladas. Na etapa seguinte, todos os corpos de prova foram pesados, tiveram as medidas dimensionais aferidas e conseqüentemente foram submetidos a secagem em estufa da marca MED CLAVE a 110°C durante um período de 24 horas, visando à eliminação da água de moldagem.

Em seguida, os corpos de prova foram submetidos a queima em um forno elétrico de laboratório nas temperaturas de 850, 900 e 950°C, em atmosfera oxidante, com taxas de aquecimento de 5 e 10°C/min, a partir da temperatura ambiente (~ 30°C), até a temperatura máxima, a qual foi mantida em patamar por 60

minutos, completando assim os ciclos de queima. O resfriamento ocorreu no próprio forno até a temperatura ambiente.

#### **4.2.5. Análise das propriedades tecnológicas**

Após a queima nas temperaturas citadas, os corpos de prova foram submetidos à determinação das propriedades tecnológicas. Foram analisadas as seguintes propriedades: perda de massa ao fogo (PF), retração linear de queima (RLq), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA), massa específica aparente (MEA) e resistência mecânica à flexão (RF).

Todas as propriedades determinadas neste trabalho referem-se à média aritmética dos resultados dos ensaios realizados com 60 corpos de prova da argila e das massas selecionadas, apresentando um dado estatístico no mínimo apreciável.

##### **4.2.5.1. Perda de massa ao fogo (PF)**

Calculada pela Equação 1, a perda de massa ao fogo (PF) quantifica quanto de massa que o material perde em relação ao aumento de temperatura de sinterização. Foi utilizada uma balança analítica da marca MARTE – AS2000C, com capacidade de 2000g e precisão de 0,01g, para pesagem dos corpos de prova secos a 110°C e submetidos a queima.

$$PF(\%) = \frac{(M_s - M_q)}{M_q} \times 100 \quad (1)$$

Onde: PF é a perda de massa ao fogo (%)

Ms é a massa do corpo de prova seco (g)

Mq é a massa do corpo de prova queimado (g)

##### **4.2.5.2. Retração linear de queima (RLq)**

A retração linear de queima (RLq) é obtida com base na variação dimensional linear dos corpos de prova sinterizados. As medidas de comprimento dos corpos de prova após secagem a 110°C e após a etapa de queima foram aferidas com o uso

de um paquímetro digital DIGIMESS 100.176BL PLUS, com precisão de 0,01mm, e a retração linear de queima foi calculada através da Equação 2:

$$RLq(\%) = \frac{(Cs - Cq)}{Cq} \times 100 \quad (2)$$

Onde: RLq é a retração linear de queima (%)

Cs é o comprimento do corpo de prova após secagem (cm)

Cq é o comprimento do corpo de prova após queima (cm)

#### 4.2.5.3. Absorção de água (AA)

A absorção de água é o valor em percentagem (%) da massa de água absorvida pelo corpo de prova após a queima. Para determinação dessa propriedade, foi adotado o seguinte procedimento: os corpos de prova foram pesados após a saída do forno em balança analítica e em seguida submersos em recipientes com água destilada por 24 horas; passado esse tempo, foram retirados dos recipientes, sendo efetuada a remoção do excesso de água superficial e a imediata pesagem dos referidos corpos de prova para verificação de suas novas massas. A capacidade de absorção de água foi calculada segundo a Equação 3:

$$AA(\%) = \frac{(Mu - Mq)}{Mq} \times 100 \quad (3)$$

Onde: AA é a absorção de água (%)

Mu é a massa do corpo de prova úmido (g)

Mq é a massa do corpo de prova queimado (g)

#### 4.2.5.4. Porosidade aparente (PA)

O cálculo da porosidade aparente (PA) fornece o provável percentual do volume de poros abertos, após a queima, dos corpos de prova em relação ao seu volume total. Foi avaliada através do método de Arquimedes utilizando-se como fluido de imersão a água na temperatura ambiente segundo a Equação 4:

$$PA(\%) = \frac{(Mu - Mq)}{(Mu - Mi)} \times 100 \quad (4)$$

Onde: PA é a porosidade aparente (%)

Mu é a massa do corpo de prova úmido (g)

Mq é a massa do corpo de prova queimado (g)

Mi é a massa do corpo de prova imerso em água (g)

#### 4.2.5.5. Massa específica aparente (MEA)

A massa específica aparente (MEA) é definida como a relação entre a massa de uma amostra e a soma dos volumes ocupados pelas partículas e pelos poros, a qual foi determinada pela Equação 5:

$$MEA \left( \frac{g}{cm^3} \right) = \frac{Mq}{(Mu - Mi)} \quad (5)$$

Onde: MEA é a massa específica aparente (g/cm<sup>3</sup>)

Mu é a massa do corpo de prova úmido (g)

Mq é a massa do corpo de prova queimado (g)

Mi é a massa do corpo de prova imerso em água (g)

#### 4.2.5.6. Resistência mecânica à flexão (RF)

A resistência mecânica à flexão (RF) dos corpos de prova, calculada de acordo com a Equação 6, foi determinada pela tensão de ruptura à flexão, esta pelo método de três pontos, utilizando-se a máquina universal de ensaios mecânicos, modelo DL10.000 da marca EMIC, operando a uma velocidade de 0,5mm/min:

$$RF \left( \frac{Kgf}{cm^2} \right) = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (6)$$

Onde: RF é a resistência mecânica à flexão (kgf/cm<sup>2</sup>)

P é a carga atingida no momento da ruptura (kgf)

L é a distância entre os apoios do corpo de prova (cm)

b é a largura do corpo de prova no local da ruptura (cm)

h é a altura do corpo de prova no local da ruptura (cm)

#### **4.2.6. Caracterização final dos produtos**

Para caracterização final dos produtos, foram selecionados corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizados nas temperaturas de queima de 850 e 950°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min, e rompidos durante o ensaio destrutivo de resistência mecânica à flexão, considerando os resultados das propriedades tecnológicas, os quais foram submetidos à análise mineralógica por difração de raios X para verificação das novas fases formadas após a etapa de queima, bem como à análise microestrutural através de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

##### **4.2.6.1. Análise mineralógica**

Para a realização dos ensaios de análise mineralógica por difração de raios X dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13 foi utilizado o mesmo equipamento da caracterização das argilas através da análise mineralógica.

Desta forma, as amostras referentes aos corpos de prova queimados foram trituradas manualmente, passadas em peneira ABNT nº 200 (0,074mm), secas e analisadas no equipamento SHIMADZU XRD – 6000, com radiação  $\text{CuK}\alpha$ , tensão de 40kV, corrente de 30mA, passo de 0,02°, tempo de contagem de 0,6s e com varredura entre 5 e 60°.

##### **4.2.6.2. Microscopia eletrônica de varredura**

Para realização da análise microscópica, as amostras dos corpos de prova selecionados foram inicialmente metalizadas com ouro e posteriormente tiveram as superfícies de fratura analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (modelo SSX-550 da SHIMADZU), com 500x e 1000x de ampliação.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Caracterização das matérias primas

#### 5.1.1. Análise química

Os resultados da composição química, em forma de óxidos, das argilas analisadas encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3 – Composição química das argilas estudadas.

<b>Matérias primas / óxidos (%)</b>	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>	<b>A4</b>	<b>A5</b>
<b>SiO<sub>2</sub></b>	54,17	44,51	51,77	50,93	49,99
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	26,48	23,62	24,21	24,23	26,20
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	4,89	13,79	6,30	6,81	7,37
<b>K<sub>2</sub>O</b>	2,55	0,49	3,25	2,87	2,88
<b>MgO</b>	1,33	1,43	1,59	1,94	1,92
<b>CaO</b>	0,41	1,32	1,06	0,90	0,82
<b>TiO<sub>2</sub></b>	1,27	2,84	1,39	1,15	1,37
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	---	---	---	---	---
<b>Outros óxidos</b>	0,25	0,37	0,31	0,66	0,33
<b>PR</b>	8,65	11,63	10,12	10,51	9,12
<b>Total</b>	100	100	100	100	100

Sendo: PR – Perda ao Rubro, determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Analisando os valores da composição química das argilas na Tabela 3, observa-se que as matérias primas estudadas apresentaram uma composição típica de argila para cerâmica vermelha, com predominância de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e altos teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o qual é responsável pela cor avermelhada dos produtos após a etapa de queima. Esses resultados estão de acordo com os observados em outros trabalhos

utilizando argilas para cerâmica vermelha (SANTANA *et al.*, 2010 & SILVA *et al.*, 2010).

A sílica ( $\text{SiO}_2$ ) está relacionada com os silicatos (argilominerais, micas e feldspatos) e à sílica livre (quartzo). De acordo com Santana *et al.*, (2010), o maior teor de sílica livre diminui a plasticidade da massa, melhora a permeabilidade e a estabilidade dimensional das peças cerâmicas. Com relação aos teores de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), a qual está relacionada com a proporção de mineral argiloso e do feldspato, verifica-se que as argilas apresentaram valores bem próximos. A argila A2 apresentou menor teor de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) dentre as argilas avaliadas. Isto é um indicativo de maior percentual de minerais argilosos.

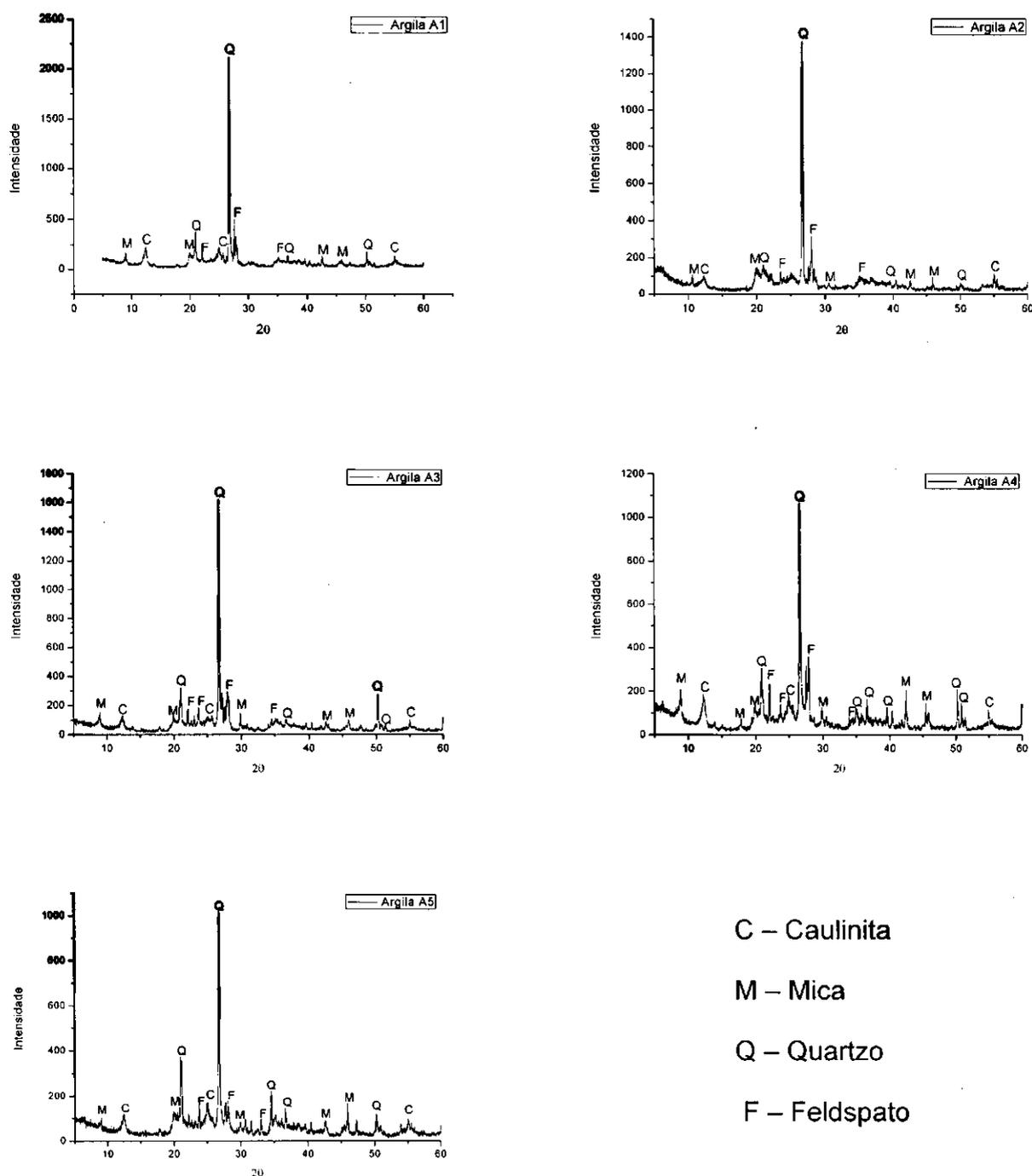
Quanto aos óxidos alcalinos ( $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Na}_2\text{O}$ ) e alcalino terrosos ( $\text{MgO}$  e  $\text{CaO}$ ), os quais são óxidos fundentes e importantes para formação da fase vítrea após a queima, pode-se observar que as argilas contêm elevados teores, o que é um indicativo de que há uma concentração razoável de feldspatos nas matérias primas. Há de se destacar que não foi detectado a presença de  $\text{Na}_2\text{O}$  em nenhuma das argilas. Com relação ao  $\text{MgO}$ , a presença desse óxido geralmente indica a presença de dolomita ou clorita (espécie de mica), conforme Silva *et al.*, (2011).

A perda ao rubro apresentada pelas argilas é característica da presença de água livre, adsorvida e de constituição das matérias primas, como também da oxidação da matéria orgânica.

### **5.1.2. Análise mineralógica - DRX**

As análises mineralógicas por difração de raios X das argilas estudadas são discutidas com base nos difratogramas da Figura 7.

Figura 7 – Difratogramas das matérias primas.



Os difratogramas das argilas analisadas apresentam basicamente picos característicos das seguintes fases cristalinas: caulinita, mica, quartzo e feldspato. A presença de caulinita é caracterizada pelas distâncias interplanares de 7,07 e 3,56Å; o quartzo é caracterizado por 4,22 e 3,32Å; a mica por 9,93Å e o feldspato pelas distâncias interplanares de 4,29 e 3,26Å. Observa-se que os picos de maior

intensidade estão associados ao quartzo, bem como são detectados picos de baixa intensidade associados à caulinita. Os difratogramas apresentados estão de acordo com os observados em outro trabalho utilizando argilas para cerâmica vermelha (SILVA *et al.*, 2011).

Dentre as fases cristalinas presentes nas argilas, destaca-se a caulinita, a qual é responsável pelo desenvolvimento da plasticidade da argila e da resistência mecânica das peças conformadas. Em contrapartida, a presença de feldspato e quartzo provavelmente influencia sobre o comportamento de plasticidade das argilas estudadas, uma vez que estes atuam como materiais não plásticos. De acordo com Cavalcante *et al.*, (2008), a presença do quartzo fornece estabilidade à massa em virtude das partículas de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e possibilita um aumento na deposição das massas nos processos de conformação das peças e no controle do coeficiente de expansão térmica. Já a mica, a qual é um mineral com estrutura e composição complexa, comporta-se como inerte de acordo com GRUN (2007).

### **5.1.3. Análise granulométrica**

É comum considerar-se a fração argila de uma matéria prima cerâmica natural, aquela com fração granulométrica com dimensão inferior a  $2\mu\text{m}$ . Assim a fração argila teria partículas abaixo de  $2\mu\text{m}$ , a fração silte, entre 2 e  $20\mu\text{m}$ , e a fração areia, teria as partículas com diâmetros superiores a  $20\mu\text{m}$  (SILVA *et al.*, 2010). A fração argila está relacionada, sobretudo, aos minerais argilosos, que são os responsáveis pelo desenvolvimento da plasticidade do sistema argila + água, segundo a literatura consultada (ALVES *et al.*, 2004).

Nas Tabelas 4 e 5 constam respectivamente a distribuição de tamanho de partículas representada pelas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e pelo diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ) e a distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas analisadas.

Tabela 4 – Distribuição de tamanho de partículas das argilas analisadas nas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e o diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ).

<b>Fração acumulada/ Matéria prima</b>	<b>Diâmetro a 10% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro a 50% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro a 90% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>A1</b>	1,70	13,48	50,43	20,46
<b>A2</b>	0,50	8,17	51,75	18,69
<b>A3</b>	1,92	18,80	54,71	24,00
<b>A4</b>	2,26	14,81	50,09	20,94
<b>A5</b>	1,82	17,52	55,86	23,62

De acordo com os dados apresentados na Tabela 4, verifica-se que as argilas analisadas apresentaram uma distribuição granulométrica bastante diferenciada para todos os diâmetros considerados. Observa-se que a argila A2 apresentou partículas com diâmetros menores que as demais argilas a 10% e a 50% de massa acumulada, bem como menor diâmetro médio de partículas, enquanto que as argilas A3 e A5 apresentam partículas com diâmetros maiores que as demais argilas a 50% e a 90% de massa acumulada, bem como maiores diâmetros médios de partículas. O maior diâmetro médio foi observado para a argila A3, que apresentou uma maior relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  e maior quantidade de fundentes. Uma vez que o  $\text{SiO}_2$  e o óxidos fundentes apresentam granulometria maior do que os argilominerais, conforme Santana *et al.*, (2010), provavelmente a argila A3 possui maior quantidade de argila menos plástica.

Analisando a Tabela 5, observa-se que apenas a argila A2 apresenta uma composição granulométrica que está de acordo com o diagrama de Winkler (SOUZA *et al.*, 2002), cujos percentuais de partículas finas, médias e grossas apresentados atendem aos percentuais indicados para massas cerâmicas visando a produção de blocos cerâmicos (PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997). Em contra partida, observa-se que a argila A2 apresenta fração argila abaixo do mínimo indicado para massas cerâmicas visando a produção de telhas (fração argila entre 30 e 40%), embora apresente percentuais de partículas médias e grossas dentro do desejado. Observa-se também que as demais amostras apresentam fração argila abaixo do

mínimo indicado pelo diagrama de Winkler para massas cerâmicas visando a produção de produtos da cerâmica vermelha.

Tabela 5 – Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas analisadas.

Matéria prima	Fração acumulada (%)		
	< 2 $\mu$ m	2 a 20 $\mu$ m	> 20 $\mu$ m
A1	12,02	47,65	40,33
A2	29,15	37,41	33,44
A3	10,46	41,16	48,38
A4	8,53	49,81	41,66
A5	10,98	42,76	46,26

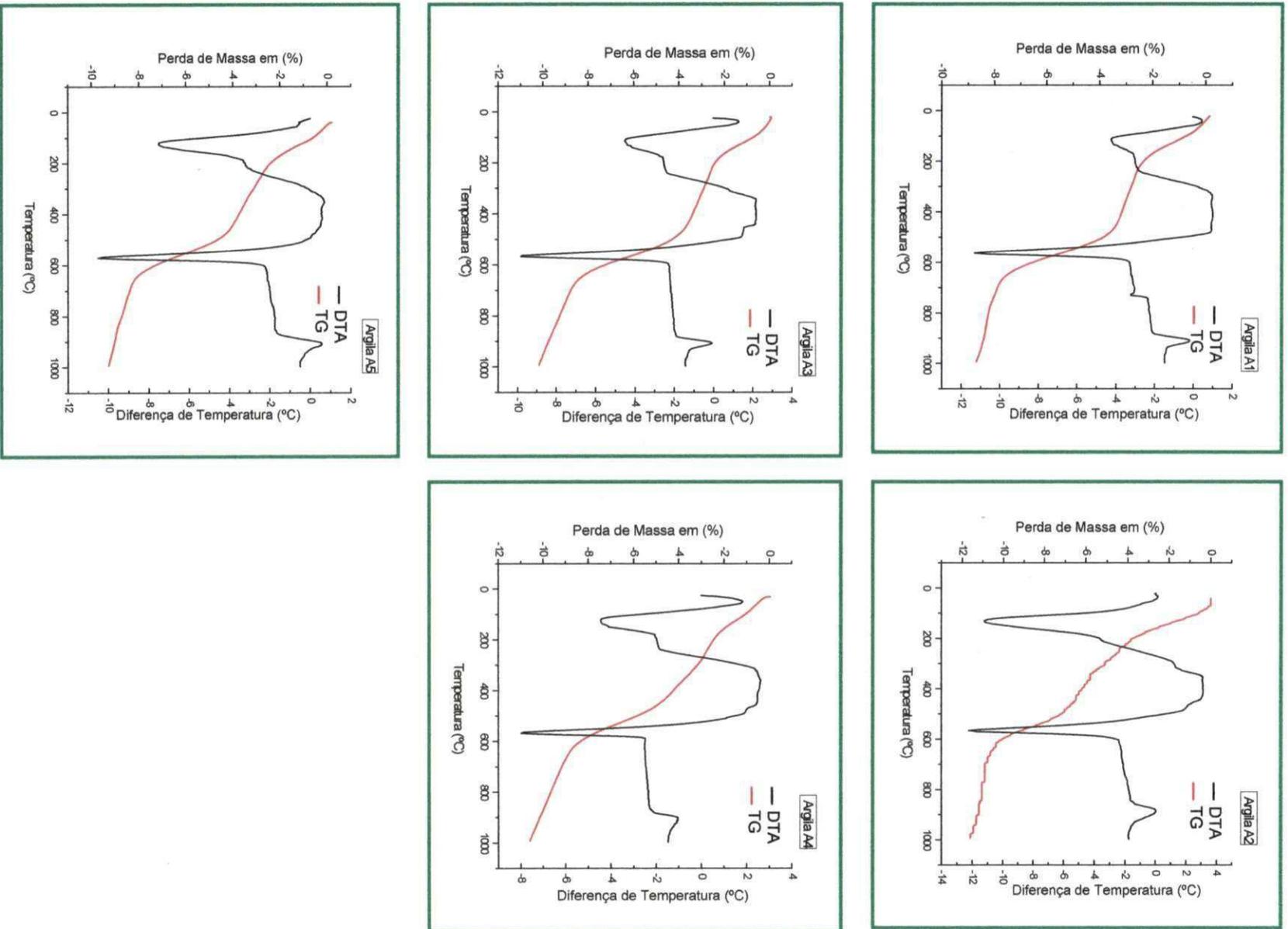
Em síntese, observa-se pela quantidade de fração argila que a matéria prima A2 é mais argilosa, logo terá a maior plasticidade dentre as matérias primas analisadas, em contra partida, a argila A3 é mais arenosa.

Para produção de telhas a massa deverá conter a seguinte composição: de 30 a 40% de argila plástica (< 2,0 $\mu$ m); de 20 a 50% de argila arenosa (2,0 a 20,0 $\mu$ m) e de 20 a 40% para a fração de desplastificante, acima de 20,0 $\mu$ m (PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997). Sendo assim, a argila A2 foi a que apresentou uma composição granulométrica mais próxima da indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas.

#### 5.1.4. Análise térmica

Na Figura 8 consta as curvas de TG e DTA das argilas analisadas. A análise termogravimétrica revela que a perda de massa ficou entre 8,5 e 12% para queima até aproximadamente 1.000°C. Esta perda de massa está associada a perda de água livre, a perda de água de hidroxilas dos argilominerais, oxidação da matéria orgânica e carbonatos, influenciando na porosidade da cerâmica após queima, conforme demonstrado por VIEIRA & MONTEIRO (2003).

Figura 8 – Curvas de TG e DTA das matérias primas.



Analisando as curvas de DTA das argilas estudadas (Figura 8), pode-se observar que em todas as amostras verificam-se picos endotérmicos a aproximadamente 110°C, característico da presença de água livre, e a aproximadamente 580°C correspondente à presença de hidroxilas e à transformação da fase do quartzo- $\alpha$  para o quartzo- $\beta$ , bem como banda exotérmica entre 200 e 500°C correspondente à oxidação da matéria orgânica, além de pico exotérmico à 950°C, correspondente à nucleação de mulita. Na curva de DTA da argila A1 também se observa um pico endotérmico discretamente a aproximadamente 740°C, provavelmente relacionado à presença de hidroxila da mica, conforme observado em curva de DTA em Freitas *et al.*, (2009). As curvas de TG e DTA das argilas analisadas estão de acordo com as observadas em outros trabalhos utilizando argilas para cerâmica vermelha (ANDRADE *et al.*, 2011 & MACEDO *et al.*, 2008).

#### 5.1.5. Determinação do índice de plasticidade das argilas

A Tabela 6 apresenta os valores dos índices de plasticidade das argilas avaliadas, determinados através dos métodos de Casagrande e Pfefferkorn.

Tabela 6 – Índice de Plasticidade das argilas analisadas.

<b>Matéria prima</b>	<b>Método de Casagrande IP (%)</b>	<b>Método de Pfefferkorn IP (%)</b>
<b>A1</b>	14,52	18,62
<b>A2</b>	22,26	26,41
<b>A3</b>	9,87	12,75
<b>A4</b>	15,44	18,78
<b>A5</b>	15,99	19,22

Com base na literatura (MACEDO *et al.*, 2008), verifica-se que os valores apresentados na Tabela 6 pelas argilas A1, A2, A4 e A5 estão dentro do intervalo observado para cerâmica vermelha, que é de 10 a 30% para o índice de plasticidade, bem como observa-se que as argilas A2, A4 e A5 são classificadas como argilas altamente plásticas (IP>15). As argilas A1 e A3 podem ser

classificadas como mediamente plásticas ( $7 < IP < 15$ ). Para classificação das argilas supracitadas, levou-se em consideração os valores dos índices de plasticidade obtidos pelo método de Casagrande. A plasticidade depende da presença de fração argilosa e é também influenciada pela morfologia das partículas, composição química e mineralógica. A argila A2 apresentou maior plasticidade, o que está de acordo com os dados apresentados anteriormente, pois possui granulometria mais fina e menor quantidade de sílica, o que provavelmente está relacionado com uma maior quantidade de material plástico, enquanto que a argila A3 apresentou o menor índice de plasticidade. Esses resultados estão de acordo com os observados em outros trabalhos utilizando argilas para cerâmica vermelha (MACEDO *et al.*, 2005; MACEDO *et al.*, 2008; SANTANA *et al.*, 2010 & SILVA *et al.*, 2010).

Comparando os resultados obtidos pelos dois métodos, observa-se que para todas as argilas o índice de plasticidade obtido pelo método de Pfefferkorn apresentou valores mais elevados. Verifica-se que as características de plasticidade determinadas pelo método de Casagrande baseiam-se na determinação da umidade referente à água contida nas argilas, enquanto que o método de Pfefferkorn avalia a plasticidade das mesmas medindo o grau de deformação sofrido por um corpo de prova cilíndrico. Em trabalho realizado por Santana *et al.*, (2010), também foi observada uma discrepância entre os resultados obtidos quando da determinação da plasticidade de massas por esses dois métodos. Fatores como: habilidade do operador, diferença entre os equipamentos, tempo de realização dos ensaios, a temperatura ambiente, entre outros, podem afetar os resultados, uma vez que são técnicas totalmente manuais.

## **5.2. Caracterização das massas**

### **5.2.1. Análise granulométrica**

Nas Tabelas 7 e 8 constam respectivamente a distribuição de tamanho de partículas representada pelas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e pelo diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ) e a distribuição granulométrica por tamanho de partículas das massas formuladas.

De acordo com os dados apresentados na Tabela 7, verifica-se valores diferenciados da distribuição de tamanho de partículas das massas nas frações

acumuladas de 10, 50 e 90%, bem como entre os valores do diâmetro médio de partículas, o qual variou de 5,36 a 20,55 $\mu\text{m}$ . Observa-se também que as massas M1, M2, M3, M5 e M7 apresentaram partículas com diâmetros maiores em relação as outras massas a 10, 50 e 90% de massa acumulada, bem como maior diâmetro médio de partículas. Entre estas, destacaram-se as massas M2 e M7, as quais apresentaram partículas com diâmetros intermediários. Já entre as massas que apresentaram partículas com diâmetros menores que os das partículas das massas supracitadas a 10, 50 e 90% de massa acumulada, bem como menor diâmetro médio de partículas, destaca-se a massa M13, a qual apresentou partículas com diâmetros maiores a 90% de massa acumulada, bem como diâmetro médio de partículas de 8,92 $\mu\text{m}$ .

Tabela 7 – Distribuição de tamanho de partículas das massas analisadas nas frações acumuladas em D10%, D50%, D90% e o diâmetro médio de partículas ( $D_M$ ).

<b>Fração acumulada/ Massas</b>	<b>Diâmetro a 10% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro a 50% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro a 90% (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diâmetro médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>M1</b>	1,76	10,09	46,60	17,80
<b>M2</b>	1,18	7,08	45,06	16,03
<b>M3</b>	2,06	13,67	50,51	20,55
<b>M4</b>	1,13	5,20	24,48	9,50
<b>M5</b>	1,71	10,03	43,11	16,82
<b>M6</b>	1,08	5,10	24,54	9,49
<b>M7</b>	1,14	7,26	42,68	15,41
<b>M8</b>	0,96	4,30	23,74	8,67
<b>M9</b>	0,97	3,75	13,21	5,57
<b>M10</b>	0,75	3,58	17,89	6,65
<b>M11</b>	1,12	6,13	20,51	8,94
<b>M12</b>	0,97	3,76	14,22	5,82
<b>M13</b>	0,88	3,77	26,92	8,92
<b>M14</b>	0,80	3,11	13,87	5,36

Analisando a Tabela 8, observa-se que apenas as massas M2 e M7 apresentaram composição granulométrica que está de acordo com o diagrama de Winkler (SOUZA *et al.*, 2002), cujos percentuais de partículas finas, médias e grossas estão dentro da faixa ideal para a produção de tijolos maciços. As massas M2 e M7 apresentaram fração argila abaixo do mínimo indicado (30 a 40%) para massas cerâmicas visando a produção de telhas, bem como fração silte superior ao recomendado (20 a 50%), embora tenham apresentado percentuais de fração areia dentro do desejado (20 a 40%). Observa-se também que as demais massas, com exceção das massas M1, M3 e M5, apresentaram fração argila acima do mínimo indicado para massas visando a produção de produtos da cerâmica vermelha.

Além disso, verifica-se que os percentuais de fração areia das massas M1, M2, M3, M5 e M7 estão dentro da faixa indicada para massas cerâmicas visando a produção de telhas.

Tabela 8 – Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das massas formuladas.

Massas	Fração acumulada (%)		
	< 2 $\mu$ m	2 a 20 $\mu$ m	> 20 $\mu$ m
<b>M1</b>	11,82	54,53	33,65
<b>M2</b>	17,99	51,28	30,73
<b>M3</b>	9,64	50,53	39,83
<b>M4</b>	20,73	66,18	13,09
<b>M5</b>	12,17	55,87	31,96
<b>M6</b>	21,53	65,37	13,10
<b>M7</b>	17,68	52,61	29,71
<b>M8</b>	25,28	62,29	12,43
<b>M9</b>	26,09	70,56	3,35
<b>M10</b>	27,99	62,80	9,21
<b>M11</b>	19,30	70,06	10,64
<b>M12</b>	26,14	69,28	4,58
<b>M13</b>	28,55	57,86	13,59
<b>M14</b>	28,00	65,49	6,51

Existe uma diferença na distribuição granulométrica dos produtos de cerâmica vermelha em função dos esforços aos quais serão submetidos. Como as telhas deverão suportar esforços de flexão, estas devem apresentar melhor empacotamento, o qual será alcançado se a amostra atender aos requisitos do diagrama de Winkler. Sendo assim, foram selecionadas para avaliação das propriedades tecnológicas as massas M7 e M13, as quais apresentaram uma composição granulométrica mais próxima da indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas.

### 5.2.2. Análise química

Os resultados da composição química, em forma de óxidos, da argila A2 e das massas M7 e M13 encontram-se na Tabela 9.

Tabela 9 – Composição química da argila A2 e das massas M7 e M13 estudadas.

<b>Argila e Massas / óxidos (%)</b>	<b>A2</b>	<b>M7</b>	<b>M13</b>
<b>SiO<sub>2</sub></b>	44,51	45,85	45,01
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	23,62	23,37	22,92
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	13,79	13,41	14,15
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0,49	0,80	0,54
<b>MgO</b>	1,43	1,41	1,39
<b>CaO</b>	1,32	1,37	1,42
<b>TiO<sub>2</sub></b>	2,84	2,73	2,83
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	---	---	---
<b>Outros óxidos</b>	0,37	0,41	0,69
<b>PR</b>	11,63	10,65	11,05
<b>Total</b>	100	100	100

Sendo: PR – Perda ao Rubro, determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 9, observa-se que as massas analisadas apresentaram uma composição típica de massa para cerâmica vermelha, com predominância de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e teores elevados de óxidos corantes,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiO}_2$ , os quais são suficientes para conferir a cor avermelhada aos produtos após a queima. Esses resultados estão de acordo com os observados em outros trabalhos utilizando massas para cerâmica vermelha (ANDRADE, 2009 & ANDRADE *et al.*, 2011).

Análogo ao trabalho de Silva *et al.*, (2010), os resultados evidenciam que as massas cerâmicas analisadas são classificadas como sendo sílica-aluminosas com elevados teores de sílica, provavelmente provenientes dos minerais argilosos e da sílica livre. Os teores de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) estão em torno de 22%, a qual provavelmente está relacionada com a proporção de mineral argiloso e do feldspato.

As massas M7 e M13 apresentaram teores de álcalis ( $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$  e  $\text{CaO}$ ) respectivamente iguais a 3,58 e 3,35%, indicando a presença de fundentes. De acordo com Silva *et al.*, (2010), estes óxidos reagem com fases amorfas e formam fases cristalinas que são mais estáveis frente à ação da umidade.

A perda ao rubro apresentada pelas massas é característica da presença de água livre, adsorvida e de constituição das matérias primas que as compõem, como também da oxidação da matéria orgânica.

Comparando a composição química da argila A2 com a das massas M7 e M13, observa-se que há certa semelhança entre os percentuais de óxidos presentes.

### **5.2.3. Determinação do índice de plasticidade**

A Tabela 10 contém os valores dos índices de plasticidade da argila A2 e das massas M7 e M13 avaliadas, determinados através dos métodos de Casagrande e Pfefferkorn.

Tabela 10 – Índice de Plasticidade da argila A2 e das massas M7 e M13 analisadas.

<b>Amostra</b>	<b>Método de Casagrande IP (%)</b>	<b>Método de Pfefferkorn IP (%)</b>
<b>A2</b>	22,26	26,41
<b>M7</b>	19,96	22,38
<b>M13</b>	29,14	32,56

De acordo com os dados apresentados na Tabela 10, verifica-se que os valores apresentados pelas massas M7 e M13 estão dentro do intervalo observado para cerâmica vermelha, que é de 10 a 30% para o índice de plasticidade, bem como observa-se que as referidas massas são classificadas como altamente plásticas ( $IP > 15$ ), levando-se em consideração os valores dos índices de plasticidade obtidos pelo método de Casagrande. Essa plasticidade depende da presença de fração argilosa e é também influenciada pela morfologia das partículas, composição química e mineralógica. Em comparação com a massa M7, a massa M13 apresentou maior plasticidade, o que está de acordo com os dados apresentados anteriormente, pois esta amostra possui uma distribuição granulométrica com partículas menores, o que provavelmente está relacionado com uma maior quantidade de material plástico.

Comparando a plasticidade da argila A2 com a das massas M7 e M13, observa-se que há uma pequena diferença entre os valores do índice de plasticidade das mesmas, sendo que a argila A2 e a massa M7 apresentaram plasticidade ideal para conformação por extrusão, cuja umidade deve ser de 18 a 25% aproximadamente (GRUN, 2007).

Assim como na determinação do índice de plasticidade das argilas, observa-se que para as massas o índice de plasticidade obtido pelo método de Pfefferkorn apresentou valores mais elevados. Como já mencionado, essa discrepância entre os resultados obtidos quando da determinação da plasticidade das massas pelos métodos de Casagrande e de Pfefferkorn é explicado por fatores que podem afetar os resultados, tais como: habilidade do operador, diferença entre os equipamentos, entre outros.

### **5.3. Propriedades tecnológicas**

Os seguintes resultados referem-se às propriedades tecnológicas dos corpos de prova da argila A2 e das formulações designadas por M7 e M13, processados por prensagem e sinterizados nas temperaturas de queima de 850, 900 e 950°C, com taxas de aquecimento de 5 e 10°C/min.

A análise conjunta das propriedades físico-mecânicas das amostras foi realizada tomando como referência os valores especificados pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT, com valores limites preconizados em laboratório para massas cerâmicas vermelhas por Souza Santos (1992), particularmente visando a produção de telhas cerâmicas.

#### **5.3.1. Perda de massa ao fogo (PF)**

A Figura 9 e a Tabela 11 apresentam a perda de massa dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima supracitadas e suas respectivas taxas de aquecimento.

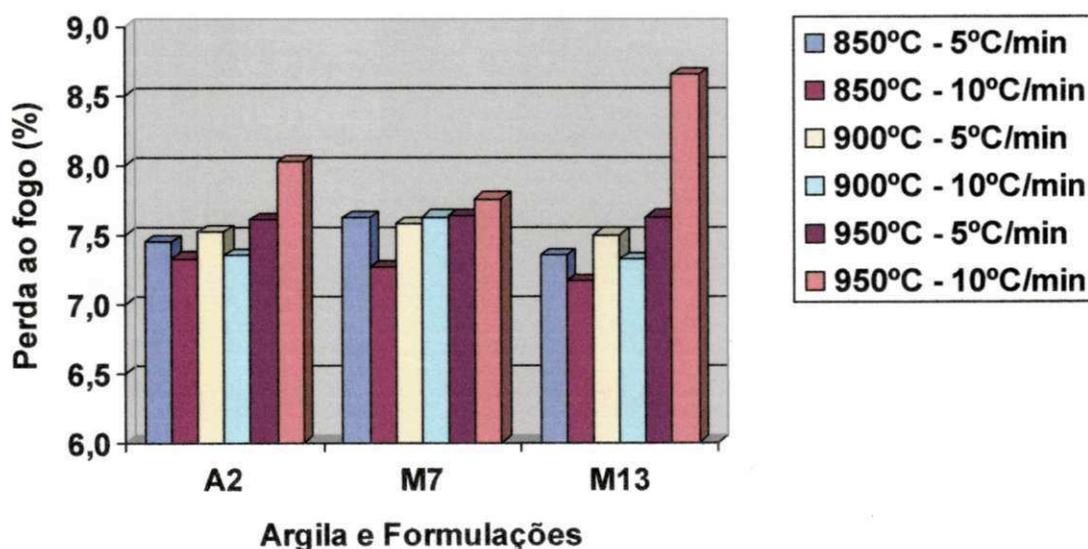
De acordo com os dados apresentados na Tabela 11, verifica-se valores semelhantes para os corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, com pequena variação entre 7,16±0,10% (M13 a 850°C e 10°C/min) até perdas de massa da ordem de 8% (A2 e M13 a 950°C e 10°C/min), influenciada pela semelhança entre as amostras estudadas. Para Macêdo *et al.*, (2005), o ideal seria trabalhar com uma massa que tivesse a menor perda de massa, não sendo possível considerando as outras propriedades, como por exemplo, a resistência mecânica e a plasticidade.

Tabela 11 – Perda de massa ao fogo dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Perda de massa ao fogo (%)		
		A2	M7	M13
850	5	7,45±0,31	7,62±0,59	7,35±0,32
	10	7,33±0,19	7,26±0,19	7,16±0,10
900	5	7,52±0,21	7,58±0,21	7,50±0,21
	10	7,35±0,27	7,63±0,34	7,32±0,22
950	5	7,61±0,09	7,64±0,16	7,63±0,32
	10	8,02±0,16	7,76±0,29	8,65±1,07

Analisando a Figura 9, observa-se que a variação da perda de massa está diretamente associada com o aumento da temperatura, atingindo o máximo para a amostra M13 a 950°C e 10°C/min com o valor de perda de massa de 8,65±1,07%. Esse resultado pode ser justificado pela maior quantidade de argilominerais (perda de massa em função da dissociação da água de constituição) e de carbonatos presentes na massa cerâmica, os quais influenciaram sobre este comportamento.

Figura 9 – Perda de massa ao fogo dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



### 5.3.2. Retração linear de queima (RLq)

A Tabela 12 apresenta os resultados da retração linear de queima dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima apresentadas e suas respectivas taxas de aquecimento.

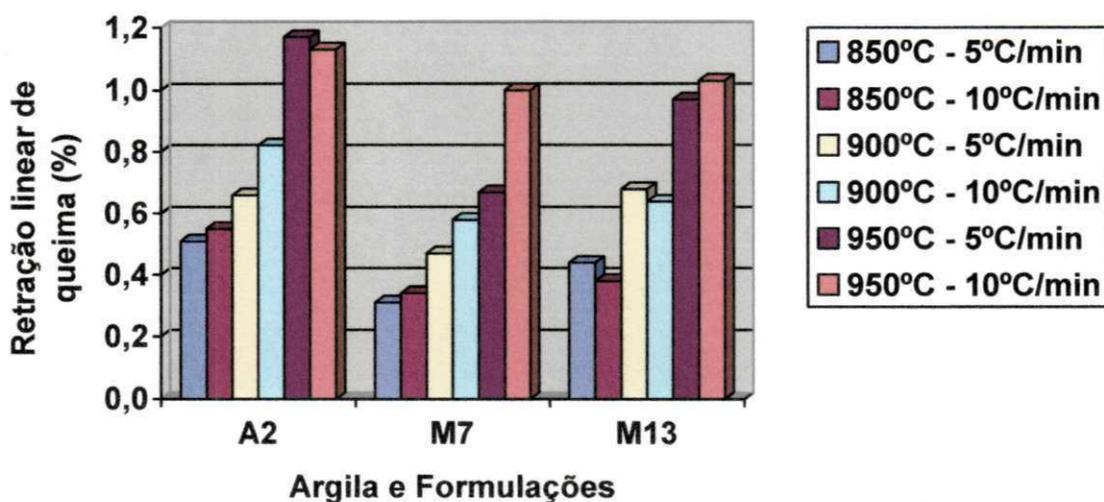
Tabela 12 – Retração linear de queima dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Retração linear de queima (%)		
		A2	M7	M13
850	5	0,51±0,29	0,31±0,05	0,44±0,12
	10	0,55±0,34	0,34±0,22	0,38±0,10
900	5	0,66±0,09	0,47±0,19	0,68±0,11
	10	0,82±0,12	0,58±0,11	0,64±0,13
950	5	1,17±0,14	0,67±0,60	0,97±0,10
	10	1,13±0,14	1,00±0,23	1,03±0,18

De acordo com os dados apresentados na Tabela 12, observa-se que os maiores valores encontrados para retração linear de queima foram para os corpos de prova da amostra A2 a 950°C, seguida respectivamente das amostras M13 e M7, também submetidas a queima a 950°C, comprovando a relação entre a retração e a temperatura de queima.

Conforme os resultados obtidos, verifica-se que a amostra M7 apresentou os menores índices de retração linear nas três temperaturas de queima, conforme mostra a Figura 10. Entretanto, os corpos de prova das amostras A2 e M13 apresentaram maior retração linear em todas as temperaturas de queima e respectivas taxas de aquecimento.

Figura 10 – Retração linear de queima dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



### 5.3.3. Absorção de água (AA)

Na Tabela 13 encontram-se os resultados da absorção de água dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima apresentadas e suas respectivas taxas de aquecimento.

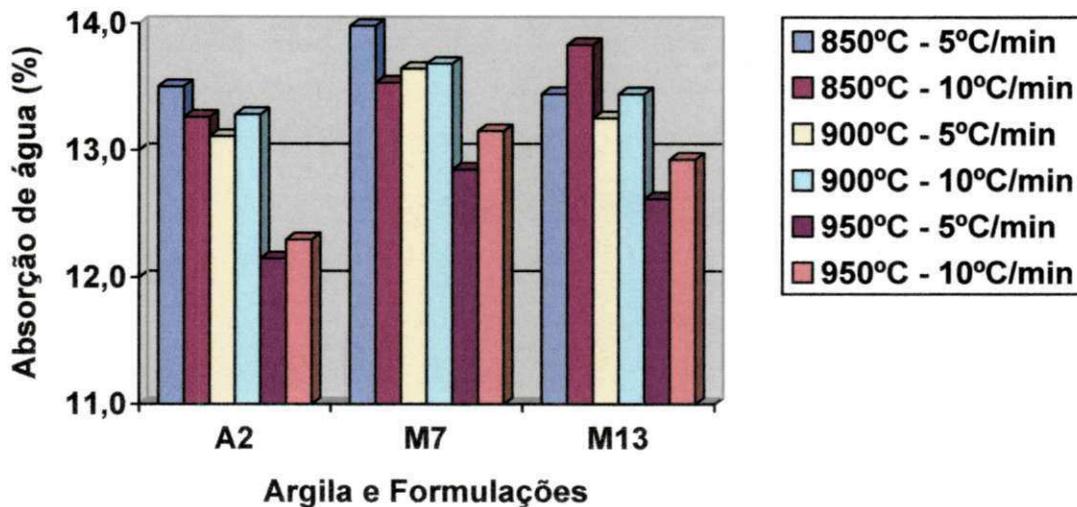
Tabela 13 – Absorção de água dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Absorção de água (%)		
		A2	M7	M13
850	5	13,50±0,38	13,98±0,26	13,44±0,38
	10	13,26±0,21	13,53±0,79	13,83±0,31
900	5	13,11±0,27	13,64±0,45	13,25±0,44
	10	13,28±0,56	13,68±0,43	13,44±0,49
950	5	12,15±0,12	12,85±0,38	12,62±0,53
	10	12,30±0,35	13,15±0,58	12,93±0,49
Especificação	---	≤20	≤20	≤20

De acordo com os dados apresentados na Tabela 13, verifica-se que as amostras não apresentaram variações significativas nos valores de absorção de água, entre 12 e 14 %, sendo inferiores a 20%, valor máximo admissível (SOUZA SANTOS, 1992). De acordo com Silva *et al.*, (2011), a variação nos valores de absorção de água, embora não tão significativa, pode estar relacionada com o menor empacotamento e ao maior percentual de sílica (SiO<sub>2</sub>) e menor teor de fundentes.

Os melhores valores de absorção de água, conforme mostra a Figura 11, foram verificados nas três amostras quando submetidas a temperatura de queima de 950°C, comprovando a relação entre absorção de água e temperatura de queima.

Figura 11 – Absorção de água dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



#### 5.3.4. Porosidade aparente (PA)

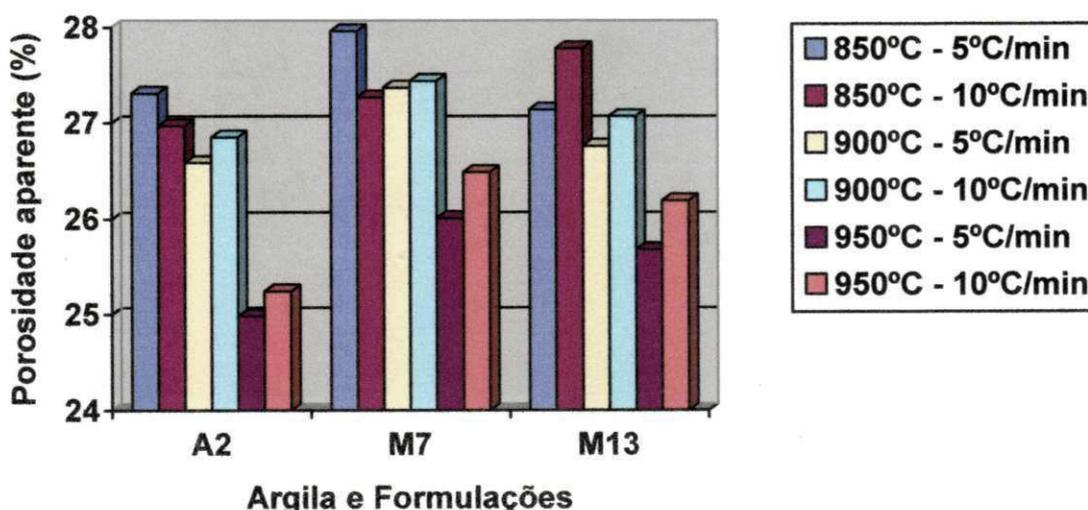
A Figura 12 e a Tabela 14 apresentam os resultados da porosidade aparente dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima apresentadas e suas respectivas taxas de aquecimento.

Tabela 14 – Porosidade aparente dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Porosidade aparente (%)		
		A2	M7	M13
850	5	27,31±0,51	27,96±0,39	27,14±0,56
	10	26,97±0,32	27,27±1,19	27,78±0,42
900	5	26,59±0,41	27,37±0,67	27,76±0,71
	10	26,85±0,83	27,44±0,62	27,07±0,73
950	5	24,98±0,21	26,01±0,59	25,68±0,89
	10	25,24±0,57	26,49±0,89	26,19±0,73
<b>Especificação</b>	---	≤35	≤35	≤35

De acordo com os dados apresentados na Tabela 14, verifica-se a conformidade entre a relação inversa existente entre a porosidade aparente e a temperatura de queima. Observa-se que os valores estão dentro do especificado que é de no máximo 35% de porosidade (SOUZA SANTOS, 1992).

Figura 12 – Porosidade aparente dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



Analisando a Figura 12, observa-se claramente que a medida que a temperatura de queima aumentou, a porosidade aparente reduziu, comprovando a

relação entre porosidade aparente e temperatura de queima. A porosidade nas cerâmicas é um fator prejudicial para o seu desempenho mecânico, todavia facilita o processo de secagem e evita o aparecimento de defeitos mais comprometedores consequente de gases formados durante a queima.

### 5.3.5. Massa específica aparente (MEA)

A Tabela 15 apresenta os resultados da massa específica aparente dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima apresentadas e suas respectivas taxas de aquecimento. A massa específica aparente está associada a absorção de água e porosidade aparente que foram apresentadas anteriormente.

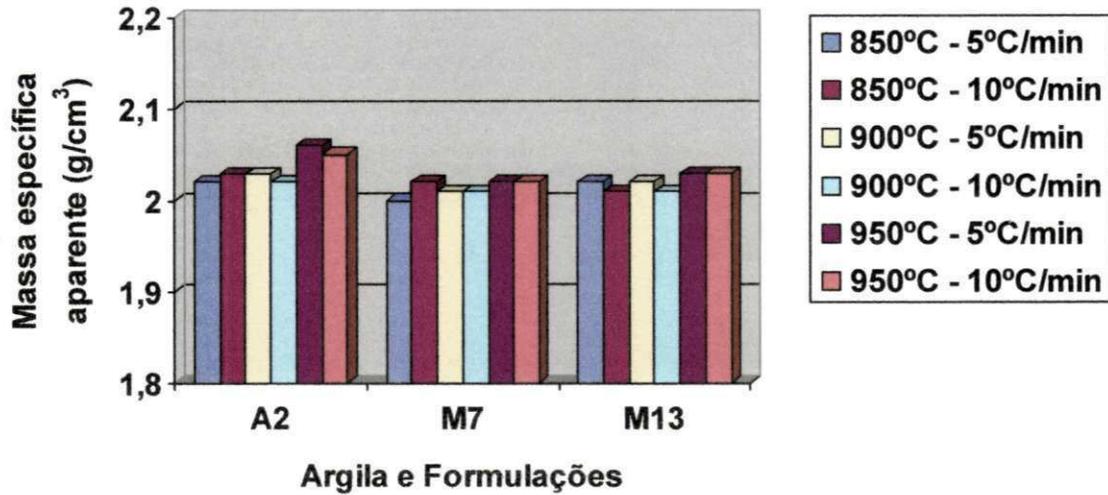
Tabela 15 – Massa específica aparente dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Massa específica aparente (g/cm <sup>3</sup> )		
		A2	M7	M13
850	5	2,02±0,02	2,00±0,01	2,02±0,02
	10	2,03±0,01	2,02±0,03	2,01±0,01
900	5	2,03±0,01	2,01±0,02	2,02±0,01
	10	2,02±0,02	2,01±0,02	2,01±0,02
950	5	2,06±0,01	2,02±0,01	2,03±0,02
	10	2,05±0,01	2,02±0,02	2,03±0,02
<b>Especificação</b>	---	≥1,7	≥1,7	≥1,7

Analisando os dados da Tabela 15, observa-se que para as três amostras o aumento da temperatura de queima provocou um aumento nos valores de massa específica aparente, os quais atendem ao valor mínimo de referência de 1,7g/cm<sup>3</sup>.

Os valores máximos de massa específica aparente são observados para a amostra A2, na temperatura de queima de 950°C e taxas de aquecimento de 5 e 10°C/min, conforme mostra a Figura 13.

Figura 13 – Massa específica aparente dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



### 5.3.6. Resistência mecânica à flexão (RF)

Na Tabela 16 encontram-se os resultados da resistência mecânica à flexão, pelo método de três pontos, dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13 estudadas nas temperaturas de queima apresentadas e suas respectivas taxas de aquecimento, cujos dados estão ilustrados na Figura 14.

De acordo com os dados apresentados na Tabela 16, observa-se que de forma geral à medida que foi elevada a temperatura de queima, ocorreu um ligeiro aumento dos valores de resistência à flexão para cada uma das amostras, os quais embora próximos ficaram abaixo do valor mínimo de referência de 6,50MPa nas temperaturas de queima de 850 e 900°C, e acima do mínimo para a temperatura de queima de 950°C, com uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

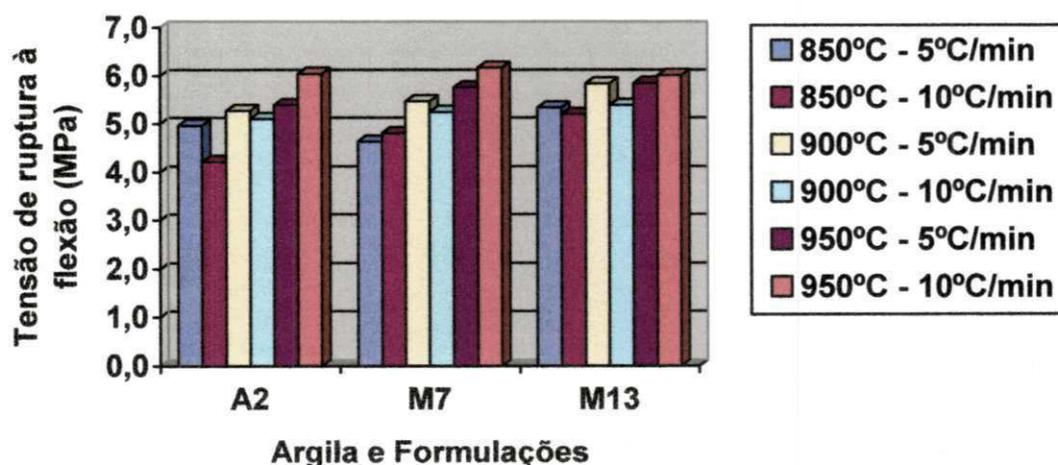
O aumento dos valores da resistência à flexão das três amostras é caracterizado pelo aumento da densificação da massa, o que possivelmente levou à diminuição da porosidade aparente dos corpos de prova das amostras analisadas.

Tabela 16 – Resistência à flexão dos corpos de prova da argila A2 e das formulações M7 e M13.

Temperatura (°C)	Taxa (°C/min)	Tensão de ruptura à flexão (MPa)		
		A2	M7	M13
850	5	4,97±0,55	4,64±0,27	5,34±0,93
	10	4,22±0,43	4,81±0,47	5,20±0,62
900	5	5,27±0,31	5,47±0,36	5,84±0,90
	10	5,10±0,37	5,25±0,54	5,39±0,72
950	5	6,39±0,84	6,76±0,71	6,85±0,60
	10	5,04±0,71	5,17±0,62	5,01±0,56
<b>Especificação</b>	---	≥6,5	≥6,5	≥6,5

Comparando as taxas de aquecimento das três amostras a 900 e 950°C, conforme ilustrado na Figura 14, observa-se que a resistência mecânica à flexão é maior a 5°C/min em relação a taxa de 10°C/min. Provavelmente essa taxa favoreceu o melhor equilíbrio entre as reações químicas e físicas, ou seja, o desenvolvimento de uma microestrutura com menor quantidade de defeitos, conforme constatado na literatura (SILVA *et al.*, 2011).

Figura 14 – Resistência à flexão dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13.



Comparando os resultados das propriedades tecnológicas dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, processados por prensagem e sinterizados na temperatura de queima de 950°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min, verificou-se que as amostras analisadas estão de acordo com os requisitos mínimos recomendados pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT para fabricação de telhas cerâmicas.

Uma vez que os resultados das propriedades tecnológicas dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13 foram similares, recomenda-se a utilização da argila A2 e da massa M7 para a fabricação de telhas cerâmicas. A recomendação da argila A2 e da massa M7 justifica-se pelos resultados de resistência mecânica à flexão apresentados a temperatura de queima e taxa de aquecimento supracitadas, bem como em virtude da plasticidade apresentada por ambas, a qual está dentro do intervalo de 18 a 25% aproximadamente, ideal para conformação por extrusão. Além disso, provavelmente apresentarão melhor estabilidade dimensional.

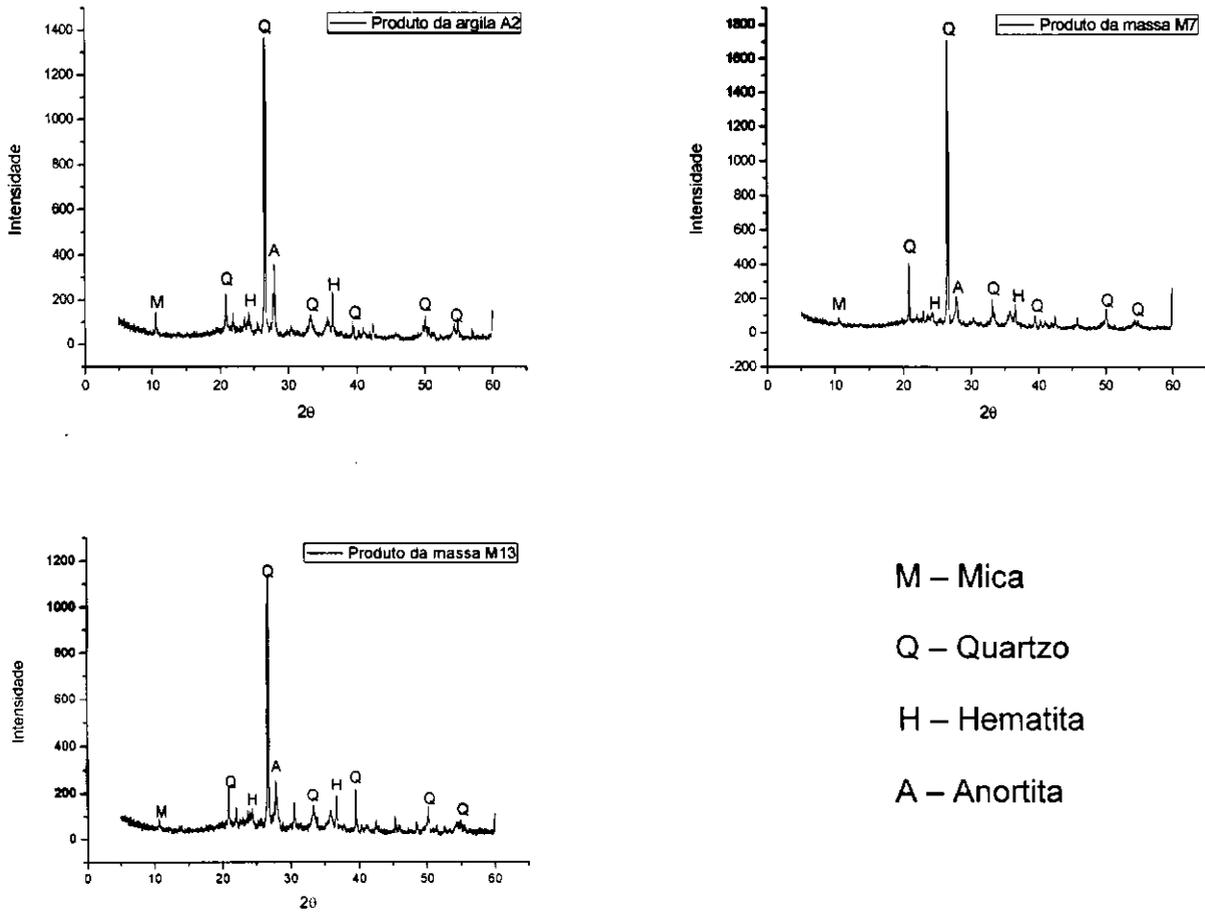
#### **5.4. Caracterização final dos produtos**

##### **5.4.1. Análise mineralógica - DRX**

As análises mineralógicas por difração de raios X dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizadas a 850°C e 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, são discutidas com base nos difratogramas das Figuras 15 e 16.

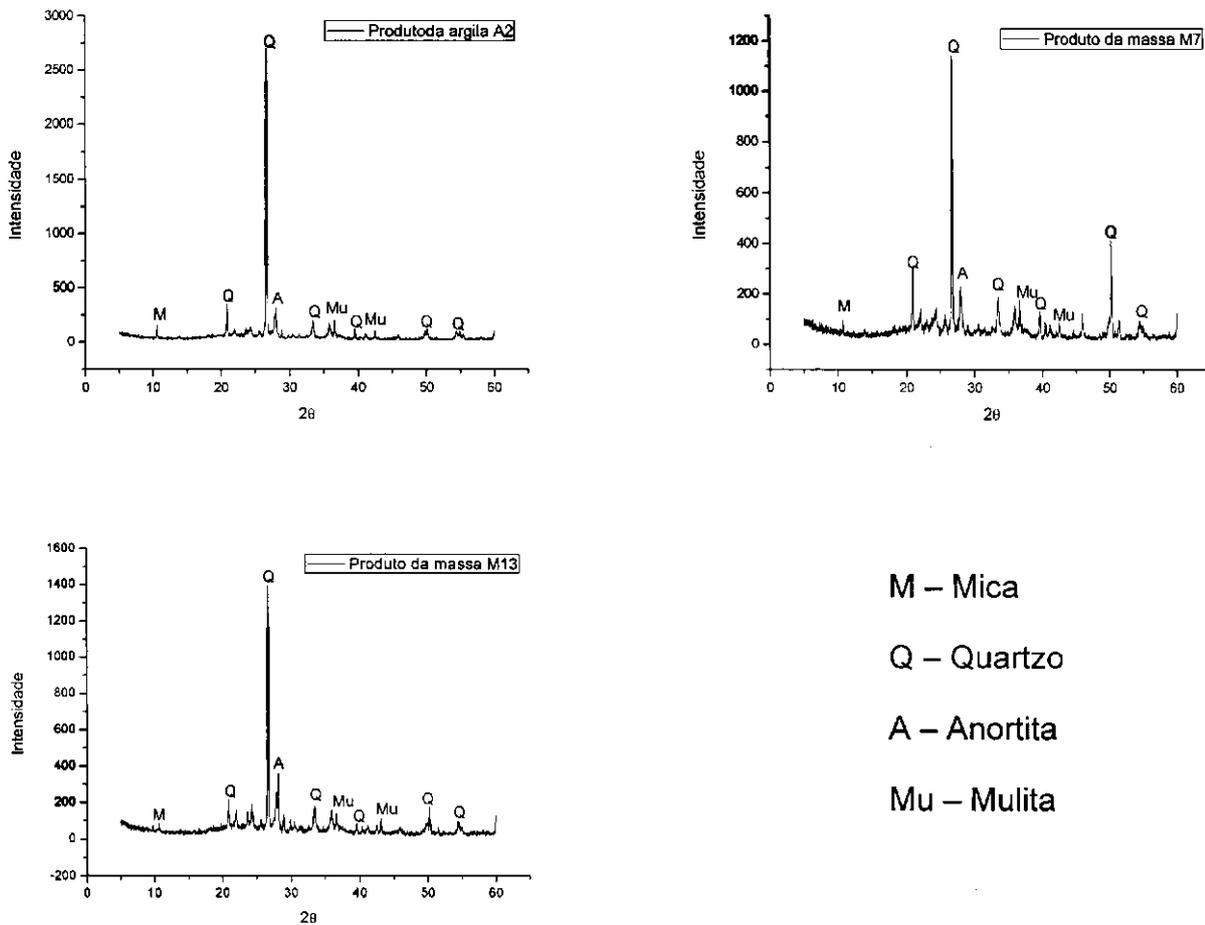
Os difratogramas da Figura 15 apresentam basicamente picos característicos das seguintes fases cristalinas: mica, quartzo, hematita e anortita. Observa-se que os picos de maior intensidade estão associados ao quartzo, bem como são detectados picos de baixa intensidade associados à mica.

Figura 15 – Difratomogramas dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizadas a 850°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min.



Já os difratogramas da Figura 16 apresentam além dos picos característicos das fases cristalinas supracitadas anteriormente, picos característicos de mulita. Observa-se que os picos de maior intensidade estão associados ao quartzo, bem como são detectados picos de baixa intensidade associados tanto a mica quanto a mulita.

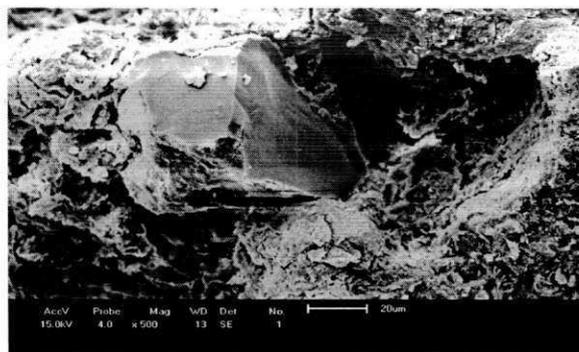
Figura 16 – Difratomogramas dos produtos da argila A2 e das formulações M7 e M13, sinterizadas a 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min.



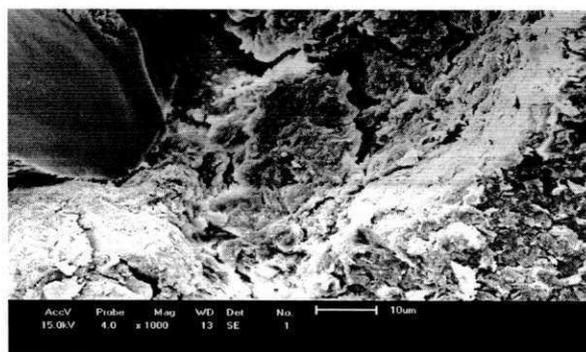
#### 5.4.2. Microscopia eletrônica de varredura - MEV

As Figuras 17 e 18 ilustram respectivamente as micrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, sinterizadas a 850°C e 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, os quais foram rompidos durante o ensaio destrutivo de resistência mecânica à flexão.

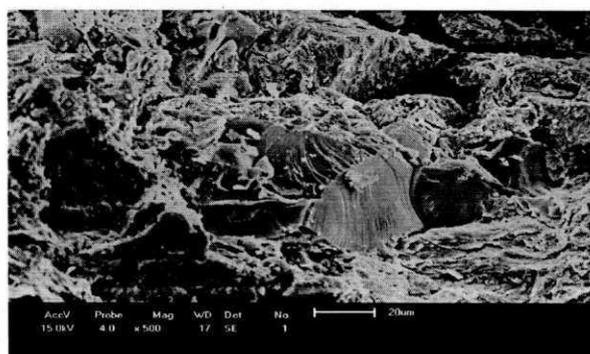
Figura 17 – Micrografias obtidas por MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, sinterizadas a 850°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, com 500x e 1000x de ampliação.



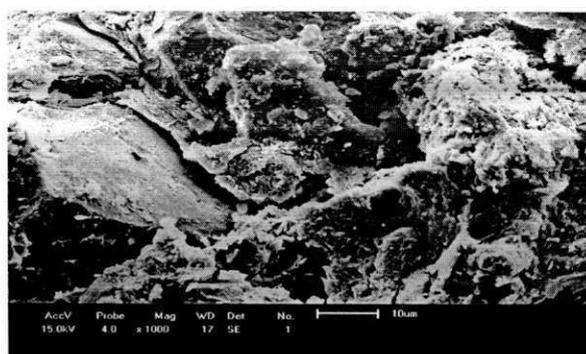
**A2 (500x)**



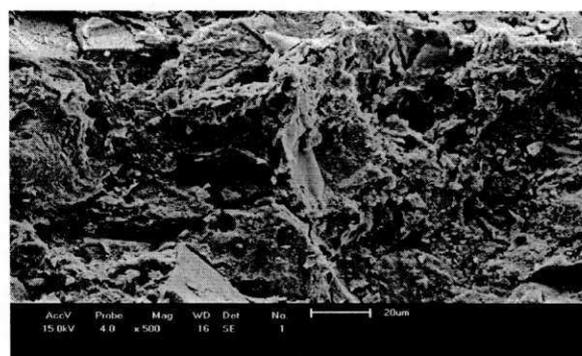
**A2 (1000x)**



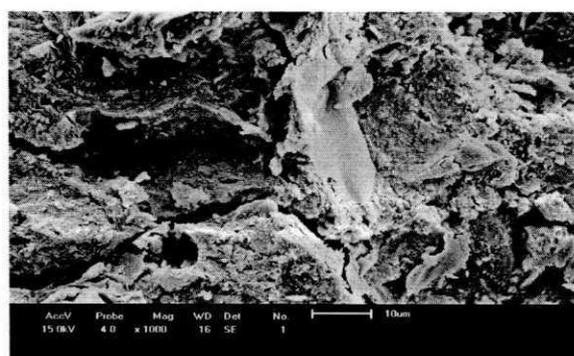
**M7 (500x)**



**M7 (1000x)**



**M13 (500x)**

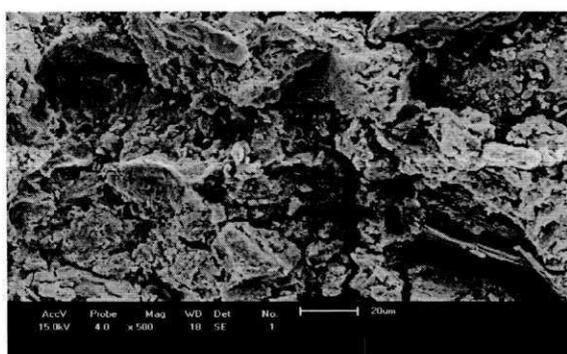


**M13 (1000x)**

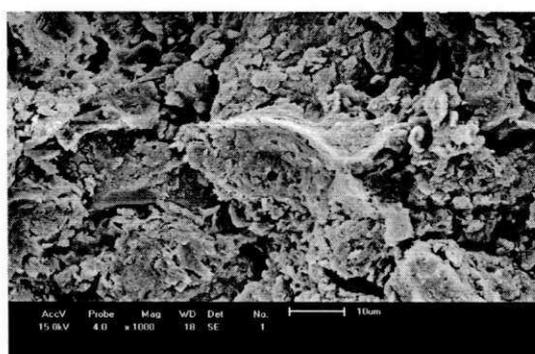
As micrografias da Figura 17 mostram que as amostras A2, M7 e M13, sinterizadas a 850°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min, apresentam uma superfície de fratura com textura bastante rugosa, evidenciando fratura do tipo intergranular e ocorrência de arrancamento de material durante a solicitação mecânica. Analisando as micrografias supracitadas, observa-se a presença de partículas de quartzo com trincas ao seu redor, bem como regiões de elevada

porosidade, possivelmente formadas por descolamento de material como partículas de quartzo livre. Esta observação é justificada pelo aspecto da superfície de fratura, onde se verifica planos de clivagem característicos da fratura frágil desses materiais. Observa-se uma microestrutura formada por grãos finos associados a fase matriz, sem evidências de formação de fase líquida:

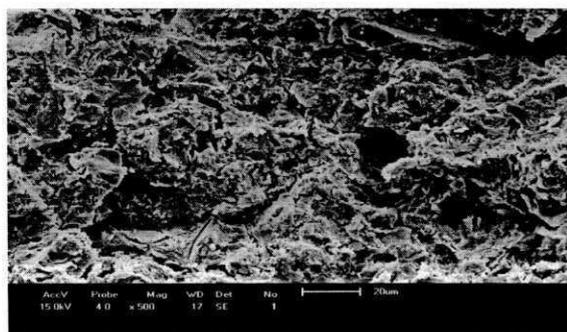
Figura 18 – Micrografias obtidas por MEV das superfícies de fratura dos corpos de prova da argila A2 e das massas M7 e M13, sinterizadas a 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, com 500x e 1000x de ampliação.



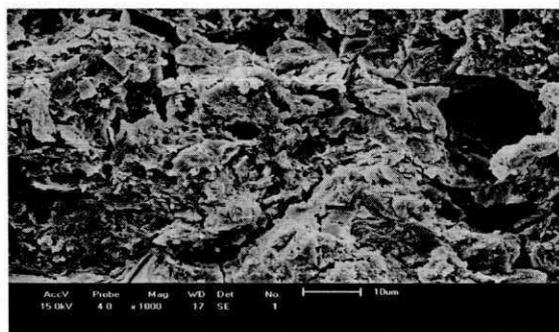
**A2 (500x)**



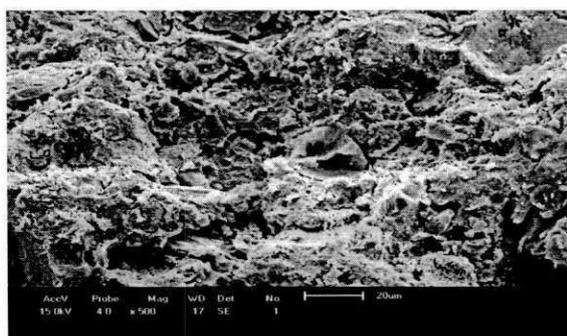
**A2 (1000x)**



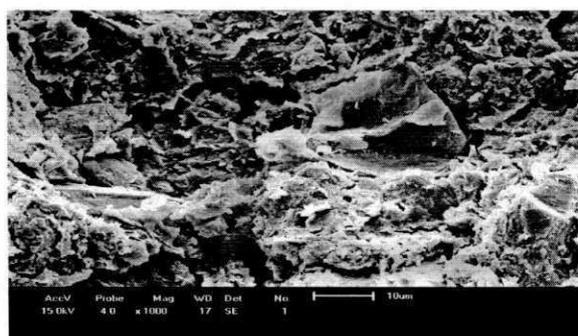
**M7 (500x)**



**M7 (1000x)**



**M13 (500x)**



**M13 (1000x)**

Já as micrografias da Figura 18 mostram que as amostras A2, M7 e M13, sinterizadas a 950°C, sob taxa de aquecimento de 5°C/min, apresentam uma superfície de fratura com ausência de poros de elevado tamanho, em comparação com as superfícies de fratura das referidas amostras, sinterizadas a 850°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min. Além disso, o aumento da temperatura de queima das amostras de 850 para 950°C, com a mesma taxa de aquecimento, levou ao início do processo de formação de fase líquida, verificado pela mudança do aspecto da fase matriz, mas sem alteração perceptível da estrutura dos grãos grosseiros.

## 6. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos após realizar a caracterização das matérias primas e das formulações de massas cerâmicas desenvolvidas de acordo com o Diagrama de Winckler, visando atingir características que atendessem as especificações adequadas para a produção de telhas, bem como analisar as propriedades tecnológicas e as características mineralógicas e microestruturais dos corpos de provas conformados e submetidos a diferentes ciclos de queima, conclui-se que:

- as argilas caracterizadas apresentaram: composições químicas com predominância de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e teores elevados de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sendo estas típicas para cerâmica vermelha; fases mineralógicas de caulinita, mica, quartzo e feldspato; e granulometria com baixo teor de fração argila em comparação com a composição granulométrica indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas;
- as argilas apresentaram características de matérias primas com alta e média plasticidade;
- dentre as massas formuladas, apenas duas apresentaram uma composição granulométrica mais próxima da indicada pelo diagrama de Winkler para produção de telhas;
- as propriedades tecnológicas dos corpos de prova, obtidos com a argila e com as formulações que apresentaram composições granulométricas mais próximas do ideal para fabricação de telhas, estão de acordo com os requisitos mínimos recomendados pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas – IPT;
- a análise mineralógica dos produtos finais apresentaram fases mineralógicas de mica, quartzo, hematita, anortita e mulita; e superfície de fratura com textura rugosa e a presença de partículas de quartzo;
- a argila selecionada e uma das formulações escolhidas foram consideradas as mais adequadas para a fabricação de telhas cerâmicas.

Este estudo evidencia a importância das indústrias de cerâmica vermelha realizarem pesquisas voltadas a formulação de massas cerâmicas visando obter massas que atendam as especificações adequadas para a fabricação de telhas com propriedades tecnológicas desejadas.

## **7. SUGESTÕES**

Para continuidade deste trabalho e visando contribuir para pesquisas futuras que permitam a continuação dos estudos de formulações de massas para fabricação de telhas cerâmicas, dentre outras, sugerem-se as seguintes pesquisas:

1. Desenvolver uma metodologia visando formular massas cerâmicas que atendam as especificações adequadas para a fabricação de blocos e telhas, com propriedades tecnológicas desejadas, de acordo com o Diagrama de Winckler e utilizando planejamento de experimentos para misturas.

2. Realizar validação experimental para os modelos matemáticos encontrados e válidos estatisticamente.

3. Aplicar o Modelo de Andreasen (Modelo de empacotamento de partículas).

## 8. REFERÊNCIAS

ALMADA, M. M.; VLCEK, T. F. Pilhas de Homogeneização: uma Nova Visão para Feldspato Cerâmico, **Cerâmica Industrial**, v.5, n.4, p.31-34, 2000.

ALVES, F. B.; VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. **Caracterização de argilas na fazenda Santa Helena do município de Campos dos Goytacazes – RJ**. In: 17º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto Alegre-RS, 2004.

ANDRADE, F. L. F. **Estudo da formulação de massas cerâmicas provenientes da região do Seridó-RN para fabricação de telhas**. 100p. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2009.

ANDRADE, J. C. S.; SANTOS, G. M.; SALDANHA, K. M.; JÚNIOR, J. C. C. S.; NASCIMENTO, R. M.; PASKOCIMAS, C. A. **Estudo da potencialidade da matéria prima do Crato/CE para utilização em cerâmica estrutural – Parte I – Comparativo entre propriedades tecnológicas por prensagem e extrusão**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

\_\_\_\_\_. **Estudo da potencialidade da matéria prima do Crato/CE para utilização em cerâmica estrutural – Parte II – Comparativo entre propriedades tecnológicas por prensagem e extrusão**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459**: Determinação do limite de liquidez – método de ensaio. Rio de Janeiro, 1984.

\_\_\_\_\_. **NBR 7180**: Determinação do limite de plasticidade – método de ensaio. Rio de Janeiro, 1984.

BARBA, A., *et al.* **Matérias Primas para la Fabricación de Soportes de Baldosas Cerámicas**, Castellón : Instituto de Tecnología Cerámica – AICE, 1997.

BELTRAN, V.; FERRANDO, E.; GARCÍA, J.; SÁNCHEZ, E. Extruded Rustic Floor Tile I. Impact of the Composition on the Body's Behaviour in the Prefiring Process Stages, **Tile & Brick Int**, v.11, n.3, p.169-176, 1995.

BEZERRA, F. D. **Perfil da indústria de cerâmica vermelha no nordeste**. Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro – SP (2005). CD-ROM.

BITENCOURT, E. R. **Utilização de Matéria prima Alternativa na Fabricação de Tijolos de Argila Vermelha e Branca**. 50p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2004.

CARTY, W. M.; LEE, C. "The Characterization of Plasticity", *Science of Whitewares*, Published by the American Ceramic Society, p. 89-101, USA, 1996.

CAVALCANTE, W. F. V.; FERREIRA, R. A. S.; YADAVA, Y. P. Estudo do potencial de produção de massas para revestimento cerâmico utilizando resíduos do processo de fabricação de louças sanitárias, **Cerâmica Industrial**, n.13, v.5, 2008.

CORREIA, S. L. **Desenvolvimento de Metodologia de Formulação de Massas Cerâmicas Triaxiais Utilizando Delineamento de Misturas e Otimização**. 140p. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC, 2004.

CURTO, K. A. S.; TEIXEIRA, R.; BURATTO, V.F.; FREDEL, M. C.; HOTZA, D. **Comparação entre métodos de medição de plasticidade em materiais argilosos**. In: 16º. CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, Porto Alegre-RS, 2004: **Anais**. São Paulo: ABC, Brasil, 2004.

DANTAS, M. A; GALVÃO, S. B.; FELIPE, R. N. B.; FELIPE, R. C. T. S. **Estudo comparativo de blocos cerâmicos para alvenaria produzidos no estado do Rio Grande do Norte**. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu-PR, 2006.

DEGARMO, E. P.; BLACK, J. T.; KOHSER, R. A. **Materials and processes in manufacturing**. 9th edition. [S.I.]: Wiley, 2003.

DIAS, A. J. **A Análise Sedimentar e o Conhecimento dos Sistemas Marinhos**, Universidade do Algarve, Faro, 2004.

DUTRA, R. P. S. **Efeito da velocidade de aquecimento nas propriedades de produtos da cerâmica estrutural**. 138p. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN/PPgCEM, Natal-RN, 2007.

DUTRA, R. P. S.; VARELA, M. L.; NASCIMENTO, R. M.; GOMES, U. U.; MARTINELLI, A. E.; PASKOCIMAS, C. A. Estudo comparativo da queima rápida com a queima tradicional nas propriedades de materiais cerâmicos de base argilosa. **Cerâmica**, São Paulo, v.55, n.333, 2009.

EMILIANI, G. P.; CORBARA, F. C. **Tecnologia Cerâmica: La Lavorazione**, volume II, Gruppo Editoriale Faenza Editrice S.p.A., 1999.

FONSECA, J. F.; FERNÁNDEZ, T. H.; BERNARDIN, A. M. **Manual para a produção de cerâmica vermelha**. 81p, Florianópolis: UFSC/SEBRAE, 1994.

FREITAS, C. S. R.; PEREIRA, I. A. F. S.; PEREIRA, M. L. G.; SIMÕES, T. C. R.; FERREIRA, A. A. L. Influência de Diferentes Processos de Conformação nas Características Finais de Produtos Cerâmicos, **Cerâmica Industrial**, v.14, n.3, p.15-18, 2009.

GOMES, C. F. **"Argilas - O que são e para que servem"**. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1988.

GRUN, E. **Caracterização de argilas provenientes de Canelinha/SC e estudo de formulação de massas cerâmicas**. 74p. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville-SC, 2007.

GRUN, E. *et al.* **Definição de Parâmetros para a Formulação de Misturas de Argilas Vermelhas**, in: 49º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, São Pedro-SP, 2005.

JÚNIOR, M. C., *et al.* A Indústria de Cerâmica Vermelha e o Suprimento Mineral no Brasil: Desafios para o Aprimoramento da Competitividade, **Cerâmica Industrial**, v.17, n.1, p.36-42, 2012.

MACÊDO, R. M. P. R.; DUTRA, R. P. S.; NASCIMENTO, R. M.; GOMES, U. U.; MELO, M. A. F. **Formulação de massa cerâmica para fabricação de telhas**, in: 49º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, São Pedro-SP, 2005.

MACEDO, R. S.; MENEZES; R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v.54, n.332, 2008.

MACEDO, R. S.; SANTANA, L. N. L.; SILVA, T. D. A.; VASCONCELOS, S. M. C.; CARREIRO, M. E. A.; NETO, J. L. B.; LEITE, M. D. R. **Caracterização preliminar de argilas vermelhas do estado da Paraíba, visando a produção de telhas e blocos cerâmicos**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

Manual de instruções do Plasticímetro de Pfefferkorn, Servitech, 2009.

MÁS, E. **Qualidade e Tecnologia em Cerâmica Vermelha**, Editora Pólo Produções Ltda, São Paulo, 2002.

MELCHIADES, F. G.; QUINTEIRO, E.; BOSCHI, A. O. A Curva de Gresificação: Parte I, **Cerâmica Industrial**, v.1, n.4/5, p.30-31, 1996.

MOREIRA, G. C.; ALMADA, J. L. A. **Avaliação da qualidade dos blocos cerâmicos para alvenaria de vedação comercializados na região norte do Paraná**. 89p. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-graduação em Patologia nas Obras Cíveis, Universidade Tuiuti do Paraná, Curitiba-PR, 2008.

OLIVEIRA, A.P.N. de, *et al.* Matérias primas empregadas na fabricação de tijolos e blocos de construção: características e influência sobre as propriedades do produto final. **Cerâmica Informação**, n.10, p.57-65, 2000.

OLLER, S. Normas e Princípios de Extrusão de argila e Comportamento na Secagem, **Cerâmica**, v.27, n.140, p. 319-329, 1981.

ORTIGÃO, J. A .R. Introdução à mecânica dos solos dos estados críticos, 2. ed., LTC, Rio de Janeiro, Brasil (1995) 14-18.

PEREIRA, P. S.; MORAIS, A. S. C.; CALDAS, T. C. C.; RIBEIRO, M. M.; MONTEIRO, S. N.; VIEIRA, C. M. F. **Caracterização de argila utilizada para fabricação de cerâmica vermelha**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

PÉREZ, C.A.S., *et al.* Caracterização de Massas Cerâmicas Utilizadas na Indústria de Cerâmica Vermelha em São Domingos do Sul - RS, **Cerâmica Industrial**, v.15, n.1, p.38-43, 2010.

PINTO, M. F.; SOUSA, S. J. G.; HOLANDA, J. N. F. Effect of firing cycle on the technological properties of a red wall tile paste. **Cerâmica**, São Paulo, v.51, n. 319, p. 225-229, 2005.

POSSES, I. P. **Avaliação de blocos cerâmicos para alvenaria de vedação produzida em indústrias cerâmicas capixabas**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

PRACIDELLI, S.; MELCHIADES, F. G. Importância da Composição Granulométrica de Massas para a Cerâmica Vermelha, **Cerâmica Industrial**, v.2, n.1/2, p.31-35, 1997.

RIBEIRO, C. G., *et al.* Estudo sobre a Influência da Matéria Orgânica na Plasticidade e no Comportamento Térmico de uma Argila, **Cerâmica Industrial**, v.9, n.3, p.1-4, 2004.

RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, A. A. L.; LABRINCHA, J. A. Aspectos Fundamentais Sobre a Extrusão de Massas de Cerâmicas Vermelhas, **Cerâmica Industrial**, v.8, n.1, p.37-42, 2003.

RIBEIRO, A. C. N.; SILVA, F. N.; MOURA, G. A.; DANTAS, J.; MACEDO, R. S. **Caracterização de uma massa do Município de Guarabira – PB, visando a produção de telhas cerâmicas**, in: 54º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Foz do Iguaçu - PR, 2010.

SANTANA, L. N. L.; MACEDO, R. S.; SILVA, B. J.; FONSÊCA, F. A. S.; NEVES, G. A.; GONÇALVES, W. P.; FERREIRA, H. C. **Determinação e avaliação das propriedades de massas e de blocos cerâmicos provenientes de olarias do Estado da Paraíba**, in: 54º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Foz do Iguaçu - PR, 2010.

SANTANA, L. N. L.; MACEDO, R. S.; SILVA, B. J.; FONSÊCA, F. A. S.; RAMOS, O. S.; NEVES, G. A.; GONÇALVES, W. P. **Métodos para determinação da plasticidade de argilas**, in: 54º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Foz do Iguaçu - PR, 2010.

SANTANA, L. N. L.; MACEDO, R. S.; CALDAS, R. K. B.; CARREIRO, M. E. A.; SILVA, B. J.; NETO, J. L. B. **Estudo comparativo entre métodos de determinação da plasticidade em argilas vermelhas do estado da Paraíba**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

SANTOS, P. S. **Tecnologia de Argilas, Aplicada às Argilas Brasileiras**, Ed. Edgar Blücher, Ed. da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1975.

SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 2ª edição revisada e ampliada. v. 1,2 e 3. São Paulo: Editora Edgard Blucher Ltda, 1989.

SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. v. 1 e 2, 2ª ed. rev. e at. São Paulo: Edgard Blücher, 1992.

SANTOS, R. C.; SILVA, P. S.; MACEDO, R. S. **Estudo da conformidade dos blocos cerâmicos produzidos no Cariri Paraibano frente às normas da ABNT**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

SANTOS, I. S. S.; SILVA, N. I. W. **Manual de Cerâmica Vermelha**. Porto Alegre: SEBRAE/RS, p.56, 1995.

SELHORST, M. **Ensino de normas técnicas para verificação de qualidade de produtos de cerâmica vermelha utilizando sistema especialista**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC, 2001.

SILVA, A. M.; COSTA, C. G. **Alvenaria estrutural com bloco cerâmico**. 68p, Trabalho de Conclusão de Curso. Departamento de Engenharia Civil, Universidade do Sul de Santa Catarina, Tubarão – SC, 2007.

SILVA, B. J.; GONÇALVES, W. P.; CARTAXO, J. M.; MACEDO, R. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; SANTANA, L. N. L. **Influência da taxa de aquecimento e da temperatura de queima sobre as propriedades de peças produzidas com massas da cerâmica vermelha**, in: 55º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Porto de Galinhas - PE, 2011.

SILVA, P. S.; RAMOS, S. O.; DANTAS, J.; NETO, J. L. B.; MACEDO, R. S. **Caracterização tecnológica de argilas para produção de telhas cerâmicas na Paraíba**, in: 54º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Foz do Iguaçu - PR, 2010.

SILVEIRA, G. C. L.; SALLET, R. G. **Caracterização Físico-Química de Argilas do Município de Itajá-RN para Utilização em Indústria Cerâmica Vermelha**, in: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS. Natal-RN, 2002.

SOARES, J. M. D., *et al.* **Panorama Sócio-Econômico das Indústrias de Cerâmica Vermelha da Região Central do Estado do Rio Grande do Sul**, **Cerâmica Industrial**, v.9, n.3, p.39-46, 2004.

SOUZA, G. P.; SANCHEZ, R.; HOLANDA, J. N. F. **Characteristics and Physicalmechanical Properties of Fired Kaolinitic Materials**, **Cerâmica**, v.48, 2002.

SPADER, R. Z. **Introdução de novos materiais em massas de telhas cerâmicas**. 71p. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma – SC, 2009.

TELHAS LOPES. Disponível em: <<http://www.telhaslopes.com.br/fabricacao.htm>>. Acesso em 25 de Abril de 2012.

VARELA, M. L. **Desenvolvimento de uma metodologia para análise mineralógica racional de argilomineral**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2004.

VIEIRA, C. M. F.; FEITOSA, H. S.; MONTEIRO, S.N. Avaliação da Secagem de Cerâmica Vermelha através da Curva de Bigot, **Cerâmica Industrial**, v.8, n.1, p.42-46, 2003.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Influência da Temperatura de Queima na Microestrutura de Argilas de Campos dos Goytacazes/RJ. **Cerâmica**. v.49, p.6-10, 2003.

ZAUBERAS, R. T.; BOSCHI, A. O. Avaliação de uma Metodologia para a Formulação de Massas para Produtos Cerâmicos – Parte I. **Cerâmica Industrial**. 2004.