INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO PIAUÍ
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E INOVAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DOS MATERIAS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

ESTUDO DE MATÉRIAS-PRIMAS DO PIAUÍ PARA PRODUÇÃO DE REVESTIMENTO CERÂMICO DE QUEIMA BRANCA

PAULYSENDRA FELIPE SILVA

Orientador: Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares

TERESINA-PI

2022

PAULYSENDRA FELIPE SILVA

ESTUDO DE MATÉRIAS-PRIMAS DO PIAUÍ PARA PRODUÇÃO DE REVESTIMENTO CERÂMICO DE QUEIMA BRANCA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Materiais Cerâmicos

Orientador: Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares

TERESINA-PI

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD

Silva, Paulysendra Felipe

S586e Estudo de matérias-primas do Piauí para produção de revestimento cerâmico de queima branca / Paulysendra Felipe Silva. - 2022.
86 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Instituto Federal do Piauí, Campus Teresina Central, 2022.
Orientador : Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares.

1. Matérias-primas piauienses. 2. Revestimento cerâmico. 3. Semiporoso. I.Título.

CDD - 620.1

Elaborado por Sindya Santos Melo CRB 3/1085

PAULYSENDRA FELIPE SILVA

ESTUDO DE MATÉRIAS-PRIMAS DO PIAUÍ PARA PRODUÇÃO DE REVESTIMENTO CERÂMICO DE QUEIMA BRANCA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 09/02/2022.

BANCA EXAMINADORA

_____
Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares (Orientador)
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

_____
Prof. Dr. Érico Rodrigues Gomes
Instituto Federal do Piauí

_____
Prof. Dr. Raimundo José de Sousa Castro
Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC)

“Consagre ao Senhor tudo o que você faz,
e os seus planos serão bem-sucedidos”
(Provérbios 16:3)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por está comigo em todos os momentos, principalmente nas dificuldades, ele que é minha fortaleza e o responsável pelo meu sucesso. Deus é o maior mestre em minha vida.

Agradeço ao meu marido Jefferson que fez desse sonho uma realidade, sempre estando ao meu lado, sempre me ajudando na vida acadêmica, me dando forças, sabedoria, conselhos em todas as decisões difíceis que tive que tomar, nunca me deixando desanimar em nenhum momento e principalmente por suportar e entender todas as minhas falhas e faltas.

Agradeço aos meus pais, Valda e Vicente que são os meus heróis, sempre me dando apoio e incentivo em todos os momentos, que fazem de tudo por mim e me educaram e me ensinaram o caminho da integridade. Aos meus irmãos Berg e Polly, a minha cunhada Nara e meus sobrinhos Ana Elizabeth e João Vicente, que estão sempre ao meu lado em todos os momentos. Minha família é a minha base.

Agradeço aos amigos que encontrei no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do IFPI, pelas trocas de conhecimentos e experiências e pelos momentos de descontração a tantas dificuldades, em especial ao meu grupo de cerâmica do coração e aos amigos Italo, Wdyelle e Slanna. Meu muito obrigada!

Gostaria de agradecer ao meu orientador, professor e doutor Roberto Arruda Lima Soares, por sua dedicação todos os dias comigo, pelos ensinamentos, pela paciência, pelo apoio e pela confiança que depositou em mim. Sempre mostrando que no fim daria tudo certo. Muito obrigada!

Agradeço também ao senhor Rui Barbosa, por todo apoio e ajuda na confecção de corpos de prova. Aos colegas do PPGEM pelas trocas de experiências e conhecimentos durante o curso. A todos os docentes do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPGEM) por terem compartilhado um conhecimento imensurável a todos os alunos. Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí (IFPI) pela oportunidade de realização do Mestrado, a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro para a produção deste trabalho e por fim, a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigada.

PRODUÇÕES CIENTÍFICAS

- **PUBLICAÇÕES EM REVISTAS**

1. Caracterização de Materiais: A Termodinâmica e suas aplicações no estudo da análise térmica de argilas. RSD (Research, Society and Development) v. 10, n. 1, e6510212284, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A3**.

2. Estudo da termodinâmica em argilas: uma revisão bibliográfica. IJDR (International Journal of Development Research) Vol. 11, Issue, 02, pp.44474-44476, February, 2021 - Revista Multidisciplinar – **Qualis - A2**.

3. Analysis of the benefits of the addition of granite residues in the production of ecological brick. IJAERS, Vol-8, Issue-3; Mar, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

4. Availability of raw materials in the state of Piauí for the production of ceramic coating. IJIER, Vol. 9 No-04, 2021 - Revista Multidisciplinar – **Qualis - A2**.

5. Reuse study of waste in ecological brick. IJIER, Vol.9 No-06, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

6. Making the ecological brick using powder residues of Ceramic Tiles. IJIER, Vol.9 No-7, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

7. Analysis of the benefits of adding disposable materials applied in the production of ceramic bricks: Bibliographic Review. IJIER, Vol.9 No-9, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

8. Analysis of the optimization of the construction process of ecological brick compared to ceramic brick: A literature review. IJIER, Vol.9 No-10, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

9. Estudo da qualidade do agregado miúdo utilizado na construção civil. RSD (Research, Society and Development) v. 10, n. 14, e420101422295, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A3**.

10. Estudo da viabilidade de utilização de garrafa PET triturada na produção de tijolos ecológicos. RSD (Research, Society and Development) v. 10, n. 14, e455101422273, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A3**.

11. Utilização de copos plásticos descartáveis na composição do traço para a produção de tijolo ecológico. RSD (Research, Society and Development) v. 10, n. 14, e525101422302, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A3**.

12. Analysis of the resistance of the interlocked floor (paver) of concrete with the addition of the mass. IJIER, Vol.12 No-10, 2021 - Revista Multidisciplinar - **Qualis - A2.**

- **PARTICIPAÇÃO EM CONGRESSOS NACIONAIS E INTERNACIONAIS**

1. VIII SiCeMat 2020 (Simpósio de Ciência e Engenharia dos Materiais) – 03 artigos aprovados, apresentados e publicado.

2. IV WORKSHOP da Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais – UFPI – 2020 – 01 artigo aprovado, apresentado e publicado.

3. CONEST2020 (Congresso de Engenharia Estrutural) – 02 artigos aprovados e publicados nos anais do congresso.

4. III ENGEMATCON2021 (Congresso online de engenharia dos materiais) – 01 artigo aprovado, apresentado e publicado nos anais do congresso.

5. 2ND (ICAIC2020) – International Conference for Academia and Industry Coperation & 2ND (IMMSEM) International Meeting in Materials Science and Engeineering of Maranhão – 01 artigo aprovado, apresentado e publicado.

6. TOKIO SUMMIT 2021- 3ND International Conference on Innovative Studies of Comportary Sciences 2021 – 02 artigos aprovados e publicados.

RESUMO

O estado do Piauí é um produtor importante de materiais cerâmicos tradicionais, como por exemplo dos blocos de vedação, blocos estruturais e telhas. Porém apesar de possuir grandes reservas de minerais argilosos e não argilosos, não existe produção de revestimentos cerâmicos no estado. Sendo assim este estudo teve como objetivo avaliar a potencialidade e aplicabilidade de matérias-primas encontradas no estado do Piauí para produção de revestimento cerâmico. Foram elaboradas três formulações de massas cerâmicas com as seguintes matérias-primas: argila caulinita, areias, caulim e calcário. As matérias-primas coletadas em vários municípios do Piauí foram caracterizadas através de análises: granulométrica, química, mineralógica termogravimétrica. Os corpos de prova foram conformados por prensagem uniaxial de 20 gramas de material colocados em uma matriz de conformação metálica de dimensões 80 mm x 10 mm x 10 mm, e queimados nas temperaturas de 1000 ºC, 1100 ºC e 1200 ºC. As propriedades tecnológicas avaliadas foram: retração linear, perda de massa, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e resistência à tensão de ruptura. Os melhores resultados foram observados nos corpos de prova de duas formulações propostas, as formulações 3 e 4, queimadas na temperatura de 1200°C, obtendo-se resistência mecânica máxima de 27,13 MPa e 26,95 Mpa e absorção de água de 7,03% e 8,36%, o que permitiu sua classificação como revestimento cerâmico do tipo semiporoso. As peças produzidas apresentaram propriedades tecnológicas dentro dos limites normativos para utilização como cerâmicas de revestimento para paredes e pisos. Assim, foram validadas as potencialidades das matérias-primas estudadas disponíveis no estado do Piauí para a produção industrial de revestimentos cerâmicos de qualidade e o desenvolvimento de novos produtos de revestimento cerâmico.

Palavras-chave: Matérias-primas piauienses. Revestimento cerâmico. Semiporoso.

ABSTRACT

The state of Piauí is an important producer of traditional ceramic materials, such as sealing blocks, structural blocks and tiles. However, despite having large reserves of clayey and non-clay minerals, there is no production of ceramic tiles in the state. Therefore, this study aimed to evaluate the potential and applicability of raw materials found in the state of Piauí for the production of ceramic tile. Three formulations of ceramic masses were prepared with the following raw materials: kaolinite clay, sand, kaolin and limestone. The raw materials collected in several municipalities of Piauí were characterized through particle size analysis: chemical, mineralogical and thermogravimetric. The specimens were produced by uniaxial pressing of 20 grams of material placed in a metal forming matrix with dimensions 80 mm x 10 mm x 10 mm, and fired at temperatures of 1000 °C, 1100 °C and 1200 °C. The evaluated technological properties were: linear shrinkage, mass loss, water absorption, apparent porosity, apparent specific mass and tensile strength. The best results were observed in the specimens of two proposed formulations, formulations 3 and 4, fired at a temperature of 1200°C, obtaining a maximum mechanical strength of 27.13 MPa and 26.95 Mpa and water absorption of 7 .03% and 8.36%, which allowed its classification as a semi-porous ceramic tile. The pieces produced presented technological properties within the normative limits for use as ceramic coverings for walls and floors. Thus, the potential of the studied raw materials available in the state of Piauí for the industrial production of quality ceramic coverings and the development of new ceramic covering products were validated.

keywords: Raw materials from Piauí. Ceramic coating. Semi-porous.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Processo produtivo de revestimentos cerâmicos 31
Figura 2: O Fluxograma do procedimento experimental 38
Figura 3: Quartzo 39
Figura 4: Caulim 39
Figura 5: Calcário 39
Figura 6: Argila 40
Figura 7: Mapa do Piauí, com destaque para as cidades de Teresina, Floriano e São João do Piauí 40
Figura 8: Aparelho de Casagrande 42
Figura 9: Espectômetro de fluorescência de raios X 42
Figura 10: Analisador térmico 43
Figura 11: Matriz de conformação 45
Figura 12: Prensa hidráulica 45
Figura 13: Corpo de prova sendo rompido 50
Figura 14:Curva Granulométrica do Caulim 52
Figura 15:Curva Granulométrica do Calcário 52
Figura 16: Curva Granulométrica do Quartzo 52
Figura 17:Curva Granulométrica da Argila 53
Figura 18: Resultado do LL 54
Figura 19:DRX da argila 56
Figura 20:DRX do caulim 57
Figura 21:DRX do quartzo 57
Figura 22:DRX do calcário 58
Figura 23:TGA e DTGA do calcário 60
Figura 24:TGA e DTGA da argila 60
Figura 25:TGA e DTGA do caulim 61
Figura 26:TGA e DTGA do quartzo 61
Figura 27:Matérias-primas utilizadas 62
Figura 28:Preparação das formulações 62
Figura 29:Corpos de prova prensados e secos 63
Figura 30:Aspecto final dos corpos de prova após a etapa de queima 63
Figura 31:Retração linear de queima 64

Figura 32:Perda ao fogo 66
Figura 33:Absorção de água 68
Figura 34: Porosidade aparente 70
Figura 35: Massa específica aparente 72
Figura 36: Tensão de Ruptura á Flexão 74
Figura 38: Formulações 4, 3 e 1 a 1000°C 75
Figura 39: Formulações 4, 3 e 1 a 1100°C 76
Figura 40: Formulações 4, 3 e 1 a 1200°C 76
Figura 41: Difratograma de raios-X – Formulação 1 78
Figura 42: Difratograma de raios-X – Formulação 3 78
Figura 43: Difratograma de raios-X – Formulação 4 79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Classificação das cerâmicas de revestimento 23
Tabela 2: Classificação das placas cerâmicas pela norma americana ASTM/ANSI . 23
Tabela 3: Características físicas das placas cerâmicas segundo a NBR 13818 24
Tabela 4: Formulações das massas cerâmicas 44
Tabela 5: Distribuição Granulométrica das matérias-primas 51
Tabela 6: Limite de Plasticidade da argila 53
Tabela 7: Composição química das matérias-primas 54
Tabela 8: Concentração das fases cristalinas (%) 58
Tabela 9: Retração linear de queima - Formulação 1 64
Tabela 10: Retração linear de queima - Formulação 3 64
Tabela 11: Retração linear de queima - Formulação 4 64
Tabela 12: Perda ao fogo - Formulação 1 65
Tabela 13: Perda ao fogo - Formulação 3 65
Tabela 14: Perda ao fogo - Formulação 4 66
Tabela 15: Absorção de água - Formulação 1 67
Tabela 16: Absorção de água - Formulação 3 67
Tabela 17: Absorção de água - Formulação 4 67
Tabela 18: Porosidade aparente - Formulação 1 69
Tabela 19: Porosidade aparente - Formulação 3 69
Tabela 20: Porosidade aparente - Formulação 4 69
Tabela 21: Massa específica aparente - Formulação 1 71
Tabela 22: Massa específica aparente - Formulação 3 71
Tabela 23: Massa específica aparente - Formulação 4 71
Tabela 24: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 1 73
Tabela 25: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 3 73
Tabela 26: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 4 73
Tabela 27: Classificação de revestimento cerâmico 75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Absorção de água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
DRX	Difração de raios X
FRX	Fluorescência de raios X
IFPI	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí
IP	Índice de plasticidade
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de plasticidade
MEA	Massa específica aparente
PA	Porosidade aparente
PF	Perda ao fogo
PPGEM	Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais
RL	Retração linear
TG	Termogravimetria
TRF	Tensão de ruptura à flexão

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....16
2. OBJETIVOS 18
2.1. OBJETIVO GERAL 18
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS 18
3. REFERENCIAL TEÓRICO 19
3.1 MATERIAIS CERÂMICOS 19
3.2 INDÚSTRIA CERÂMICA 20
3.3 REVESTIMENTO CERÂMICO.....21
3.4 MATÉRIAS-PRIMAS.....24
3.4.1 Argilas.....26
3.4.2 Caulim.....28
3.4.3 Quartzo 29
3.4.4 Calcário.....30
3.4.5 Talco 30
3.4.6 Feldspato.....31
3.5 PROCESSO DE PRODUÇÃO DO REVESTIMENTO CERÂMICO 31
3.5.1 Preparação da massa 32
3.5.2 Prensagem.....34
3.5.3 Secagem 35
3.5.4 Esmaltação e decoração.....36
3.5.5 Queima.....36
4. MATÉRIAIS E MÉTODOS.....38
4.1 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....38
4.2 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS.....38
4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS 41
4.3.1 Análise granulométrica.....41
4.3.1.1 Análise de Plasticidade.....41
4.3.2 Análise química.....42
4.3.3 Análise mineralógica 43
4.3.4 Análises térmicas.....43
4.3.5 Análise racional.....44
4.4 PREPARAÇÃO DAS MASSAS CERÂMICAS 44

4.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA 45
4.6 SECAGEM DOS CORPOS DE PROVA 46
4.7 QUEIMA DOS CORPOS DE PROVA 46
4.8 CARACTERIZAÇÃO DO PRODUTO FINAL 46
4.8.1 Perda ao Fogo 46
4.8.2 Absorção de Água 47
4.8.3 Porosidade Aparente 47
4.8.4 Massa Específica Aparente 48
4.8.5 Retração Linear 49
4.8.6 Tensão de Ruptura à Flexão 49
4.8.7 Análise macroestrutural 50
4.8.8 Analise Microestrutural 51
4.8.8.1 Difração de raios X 51
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 51
5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS 51
5.1.1 Análise Granulométrica 51
5.1.2 Limite de liquidez e plasticidade 53
5.1.3 Análise Química 54
5.1.4 Análise mineralógica 55
5.1.5 Análise racional 58
5.1.6 Análise térmica 59
5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA QUEIMADOS 61
5.2.1 Retração Linear de queima 63
5.2.2 Perda ao Fogo 65
5.2.3 Absorção de água 67
5.2.4 Porosidade aparente 69
5.2.5 Massa Especifica Aparente 71
5.2.6 Tensão de Ruptura à Flexão 73
5.2.7 Análise Macroestrutural 75
5.2.8 Análise Microestrutural 77
6. CONCLUSÕES 80
7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS 81
REFERÊNCIAS 82

1. INTRODUÇÃO

O setor cerâmico tem um papel de extrema importância na economia do país. De acordo com estudos feitos pela ANFACER (Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos, Louças Sanitárias e Congêneres), o Brasil é um dos principais players do mercado mundial de revestimentos cerâmicos. Ocupando o terceiro lugar em produção e o segundo lugar em consumo no mundo e além de ser o sétimo no ranking das exportações. Com maior concentração nas regiões Sudeste e Sul e em expansão no Nordeste do país (ANFACER, 2020).

O setor brasileiro de revestimentos cerâmicos é constituído por 60 empresas, 71 unidades fabris e 137 marcas. Segmento produtivo de capital essencialmente nacional, é também um grande gerador de empregos, com cerca de 28 mil postos de trabalho diretos e em torno de 200 mil indiretos. Uma característica típica da produção brasileira é a utilização de dois processos distintos em seu parque industrial: Via seca e Via úmida. Os fabricantes brasileiros de revestimentos cerâmicos estão alinhados com a melhor tecnologia disponível no mundo e em conformidade com as normas internacionais de qualidade. Em 2020, o Brasil produziu 840 milhões de metros quadrados de revestimento cerâmico e as vendas no mercado interno atingiram 826 milhões de metros quadrados (ANFACER, 2020).

Sendo assim, a indústria da cerâmica atrai altos investimentos em capacitação, custos de instalações e tecnologia aplicada. Os materiais cerâmicos exibem uma ampla gama de propriedades, são a base de matérias-primas baratas e amplamente utilizados em diversas áreas do conhecimento. A sua principal matéria-prima para a produção de materiais cerâmicos é a argila, podendo ser encontrada em bastante quantidade em todo o território Brasileiro (SANCHES, 2012).

Um dos principais motivos pela qual a indústria das cerâmicas brasileiras cresceu rapidamente, é devido ao excesso de matérias-primas naturais. Por isso é importante a escolha das matérias-primas, a formulação da massa cerâmica, a compactação do produto e as condições de queima, pois elas determinam as transformações físico químicas ocorridas durante a fabricação de um produto cerâmico, influenciando assim as suas propriedades finais (OLIVEIRA, 2011).

Atualmente a cerâmica é considerada um intenso objeto de pesquisa, considerando o aproveitamento de suas propriedades físicas e químicas de um grande número de materiais. Estudos apontaram que outra região que tem mostrado

desenvolvimento desse setor, devido justamente a variedade de matérias-primas no local e o mercado consumidor em desenvolvimento é o Nordeste brasileiro.

Soares (2010), relata que o mercado crescente e mais exigente com respeito a qualidade das placas cerâmicas, estimulam a pesquisa de materiais alternativos que possam substituir total ou parcialmente uma ou mais matérias-primas utilizadas na produção de revestimentos. Existe uma abundância de produtos que são considerados de qualidade inferior quando comparados a produtos provenientes de outras regiões e disponíveis no mercado piauiense. Muitas vezes se torna necessário a introdução de outras matérias-primas à massa, pois a argila sozinha não apresenta as características para a produção de um determinado tipo de placa cerâmica.

Sendo assim, o foco desta pesquisa foi analisar e apresentar matérias primas para produção cerâmica, além de verificar a possibilidade de sua aplicação para produção de revestimento com baixo absorção de água, o que poderá ser um caminho para produção de porcelanato, ou outros materiais cerâmicos que necessitam das características que são: queima branca, baixa absorção de água e alta resistência mecânica, além de mostrar a abundância de material argiloso o que pode ser um grande atrativo para o mercado produtor e consumidor no Estado, do Piauí.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

A pesquisa teve como objetivo geral o estudo de algumas matérias-primas disponíveis no Estado do Piauí que possam ser aplicadas na massa básica para a produção de revestimento cerâmico de queima branca.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar as matérias-primas que constituem a formulação da cerâmica de queima branca;
- Verificar a possibilidade do emprego de caulim, quartzo e calcário de jazidas do estado do Piauí;
- Desenvolver formulações e avaliar o desempenho dos corpos de prova por meio de ensaios e verificar se estão de acordo com as especificações da NBR 13818 - Placas cerâmicas para revestimento.
- Propor uma formulação cerâmica que tenha as melhores propriedades físicas.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 MATERIAIS CERÂMICOS

A cerâmica é considerada um material muito resistente, isto é provado pelos vestígios cerâmicos que foram encontrados das escavações por todo o mundo. É uma arte milenar que começou a ser expandida depois da descoberta do fogo. A palavra cerâmica é derivada do grego “kéramos” que remete a “terra queimada” ou “argila queimada” (SINDICER, 2017).

O material artificial que está há mais tempo no mundo produzido pelo homem é a cerâmica, existindo há mais de dez mil anos, esteve presente desde o início das civilizações até os dias de hoje, sendo considerada uma atividade artística ou industrial; artística pois são fabricados produtos com valor estético e industrial pois os produtos são atribuídos a engenharia (DOBERSTEIN, 2010).

A cerâmica compreende todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas. Ela é uma atividade de produção de artefato a partir da argila, que se torna muito plástica e fácil de moldar, quando umedecida. Depois de submetida à secagem para retirar a maior parte da água, a peça moldada é submetida a altas temperaturas (ao redor de 1.000º C), que lhe atribuem rigidez e resistência mediante a fusão de certos componentes da massa e, em alguns casos, fixando os esmaltes na superfície (ANFACER, 2020).

Os produtos da cerâmica foram evoluindo conforme a ciência dominava a tecnologia da queima dos materiais. Estes foram se aprimorando e servindo a necessidade das mais diferentes indústrias da sociedade. A humanidade já viveu três eras: a era do barro, a dos metais e, nos dias de hoje, vivenciando a era dos plásticos, porém, a sociedade nunca abandonou os materiais cerâmicos (OLIVEIRA e HOTZA, 2011).

Os mesmos autores acima, ainda citam que por ser uma atividade ampla, o setor cerâmico pode ser subdividido em sub-setores ou segmentos que possuem características bastante individualizadas como matérias-primas, propriedades e áreas de utilização e com níveis de avanço tecnológico distintos, sendo eles: Cerâmica vermelha; Cerâmica branca, que se subdivide em louça sanitária, louça de mesa, isoladores elétricos para alta e baixa tensão; cerâmica artística; cerâmica técnica; Materiais refratários; Abrasivos; Vidro, Cimento e Cal; Cerâmica de alta tecnologia ou cerâmica avançada e por fim os revestimentos cerâmicos.

Alguns dos materiais cerâmicos são compostos exclusivamente de matérias-primas naturais, são elas: argilas, cromita, caulins, feldspatos, magnesita, quartzitos, entre outras. Porém é importante salientar que o processo de aperfeiçoamento da cerâmica deve ser constante, sendo muito importante para a indústria cerâmica conservar e aumentar a competitividade, pois, além da estratégia voltada ao crescimento de produção e otimização de custos, também melhora a utilização dos recursos minerais e tecnológicos existentes (VIVONA, 2000).

Os materiais cerâmicos passam por vários estágios durante sua fabricação, de um modo geral pode-se decompor em cinco etapas, sendo elas: A preparação da massa; Conformação; Secagem; Esmaltação e Queima. Em alguns casos os produtos não necessitam da esmaltação por estarem inclusos no suporte cerâmico (ANFACER, 2007).

3.2 INDÚSTRIA CERÂMICA

A partir das fábricas de tijolos, blocos e telhas cerâmicas, surgiu a indústria brasileira de revestimentos cerâmicos, que já começou fabricando ladrilhos hidráulicos e, posteriormente, azulejos, pastilhas cerâmicas e de vidros. Com o início dos anos de 1970 a fabricação de cerâmica de revestimento conseguiu uma demanda continua possibilitando o surgimento de novas empresas com ampliação da capacidade de produção e maior industrialização do processo produtivo (OLIVEIRA e HOTZA, 2015).

A indústria de revestimentos cerâmicos, que está inserida na área de minerais não metálicos, fundou um segmento de transformação de capital intensivo, possuindo como atividade principal, a fabricação de pisos e azulejos. Em conjunto com a cerâmica estrutural vermelha que são por exemplo os tijolos e telhas, as louças e o vidro, retratam uma rede produtiva que fazem parte do complexo industrial de materiais de construção (CONSTANTINO, ROSA, et al., 2006).

Nos últimos anos, a indústria cerâmica do Brasil fez progressos consideráveis, a tecnologia de equipamentos melhorou a competitividade, sendo possível atender aos padrões internacionais de qualidade. Outra razão que promove o desenvolvimento desse setor são as matérias-primas de alta qualidade do país. São Paulo é o estado com o maior número de empresas, com 13.400 trabalhadores em todas as indústrias de revestimentos cerâmicos em São Paulo (ASPACER, 2019).

De acordo com pesquisa realizada pelo Congresso Brasileiro de Cerâmica e pela Associação Nacional da Indústria Cerâmica, o Brasil é o segundo maior mercado

consumidor do mundo, perdendo apenas para a China. Nos últimos anos, o setor alcançou um tremendo crescimento, superando os produtores tradicionais, como Itália e Espanha. O Brasil possui grandes depósitos de minerais industriais para cerâmica, nas regiões sudeste e sul ficam localizados os maiores pólos de cerâmica do país, devido à proximidade do mercado consumidor. Nessas regiões, devido à concentração das relações econômicas entre produtores, fornecedores e distribuidores locais, há uma economia de aglomeração industrial e, portanto, especialização produtiva (ANFACER, 2020).

Cabe ressaltar que outras regiões do país também apresentaram um certo grau de desenvolvimento, principalmente na região Nordeste, onde a demanda por materiais cerâmicos aumentou e levou ao estabelecimento de novas fábricas de cerâmica na região (ABCERAM, 2018).

A indústria cerâmica do Brasil é crucial para o país. É, de fato, uma das principais partes da economia brasileira, mostrando desempenho tecnológico crescente e participação direta no crescimento do PIB-Produto Interno Bruto, de cerca de 0,5% (ENERGIA, 2018).

Mesmo assim, para que os produtos do Brasil tenham maior valor agregado e obtenham maior participação no mercado mundial de revestimentos cerâmicos, o país deve investir na qualidade do produto, e o aspecto mais importante seria a produção (AVELINO, 2019).

Diante de todo exposto acima, a indústria cerâmica brasileira tem um papel importante e estratégico na criação de divisas e empregos. Além disso, por exemplo, as áreas revestidas com cerâmica podem ser a solução técnica mais adequada para inertar permanentemente vários resíduos sólidos sem causar nenhum tipo de poluição (CHERNICHARO, RUTKOWSKI, et al., 2008).

3.3 REVESTIMENTO CERÂMICO

Como o nome indica, os revestimentos cerâmicos ou cerâmica de revestimento são usados para pisos, bancadas, paredes, piscinas e até tetos dentro e fora do ambiente. Quando utilizados como revestimentos para o chão, são chamados de pisos. Quando utilizados como revestimento para paredes, são chamados de azulejo, pastilha, lajota. (OLIVEIRA e HOTZA, 2015).

O setor de revestimentos cerâmicos geralmente utiliza outros tipos de classificação, como: pisos e revestimentos (dependendo de como são usados) no

chão ou na parede; placas cerâmicas de queima branca ou vermelha, dependendo da cor após a queima (SANCHEZ et al., 1996).

De acordo com a Norma Brasileira Regulamentadora - NBR 13816:1997 da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT, o revestimento cerâmico é o conjunto formado pelas placas cerâmicas, pela argamassa de assentamento e pelo rejunte.

Esta norma ainda define as placas para revestimento cerâmico, como um material composto de argila e outras matérias-primas inorgânicas, usualmente empregadas para revestir paredes e pisos, sendo conformado por extrusão ou prensagem, ou também por outros processos. As placas cerâmicas então são secadas e queimadas até atingir a temperatura de sinterização. Elas podem ser esmaltadas ou não esmaltadas, além de serem incombustíveis e não são afetadas pela presença de luz.

As placas cerâmicas são geralmente compostas por três camadas, sendo elas: O suporte ou biscoito que é a base da placa cerâmica; o engobe que é uma cobertura argilosa com acabamento fosco, podendo ser permeável ou impermeável, tanto colorido ou branco, que tem função impermeabilizante, para garantir a adesão da terceira camada; e o esmalte, que é uma camada semelhante a vidro, além de decorar a superfície da placa, também pode ser à prova d'água. É importante ressaltar que o engobe é uma camada que só é usada em placas cerâmicas esmaltadas, ou seja, fica entre o suporte e o esmalte (ANFACER, 2018). O corpo cerâmico compõe-se de matérias-primas naturais, argilosas e não argilosas.

Ainda de acordo com o autor acima, os materiais de argilosos são formados a partir de uma mistura de diferentes tipos e características de argila para fornecer os ingredientes necessários e são a base de biscoito; materiais não argilosos (quartzo, feldspato e caulim) são usados para apoiar o corpo de cerâmica ou promover a fusão da massa, e por fim os materiais sintéticos são utilizados na produção de engobes e esmaltes e são utilizados para revestimentos decorativos.

Segundo a NBR 13817:1997 da ABNT, as placas cerâmicas para revestimento podem ser classificadas em função do seu modo de fabricação, em prensados, extrudados ou fabricado por outras técnicas; pelo grupo de absorção de água (AA); por ser esmaltados ou não esmaltados; pelas classes de resistência á abrasão superficial, em número de 5; pelas classes de resistência ao manchamento, em número de 5; e por aspecto superficial ou análise visual.

Ainda de acordo com as NBR 13817:1997 e 13818:1997, as classificações das placas cerâmicas de acordo com a absorção de água, que está relacionada diretamente com a porosidade, pode ser em: grês porcelanato, grês, semigrês, semiporoso e poroso. A Tabela 1 mostra os tipos de produtos com os códigos dos grupos de absorção de água correspondentes e, de acordo também com o método de fabricação, dando ênfase no método de prensagem que é mais usado no setor.

Tabela 1: Classificação das cerâmicas de revestimento

Produto	**Absorção de água (%)**	**Métodos de fabricação**		
		Extrudado	**Prensado**	**Outros**
Grês porcelanato	Abs ≤ 0,5	AI	**BIa**	CI
Grês	0,5 < Abs ≤ 3		**BIb**	
Semigrês	3 < Abs ≤ 6	AIIa	**BIIa**	CIIa
Semiporoso	6< Abs ≤ 10	AIIb	**BIIb**	CIIb
Poroso	Abs > 10	AIII	**BIII**	CIII

Fonte: NBR 13817: Placas Cerâmicas Para Revestimento - Classificação (1997)

A norma americana ASTM/ANSI C973-88, regulamenta as placas cerâmicas pela absorção de água, classificando de vitrificado à não vitrificado. A tabela 2 mostra a classificação das placas cerâmicas de acordo com a norma ASTM/ANSI levando em consideração a vitrificação do revestimento cerâmico.

Tabela 2: Classificação das placas cerâmicas pela norma americana ASTM/ANSI

Absorção de água	**Classificação**
Abs ≤ 0,5	Muito vitrificado
0,5 < Abs ≤ 3	Vitrificado
3 < Abs ≤ 7	Semivitrificado
7 < Abs ≤ 18	Não vitrificado

Fonte: norma americana ASTM/ANSI C-973-88 (1980)

Pode-se observar que a categoria de placas cerâmicas prensadas com baixa absorção de água é chamada "muito vitrificada", o que equivale a absorção de água menor que 0,5%, enquanto as placas cerâmicas prensadas com alta absorção de água são chamadas não vitrificadas, e a taxa de absorção de água situa-se entre 7% a 18%.

As características das placas cerâmicas dependem de suas propriedades químicas, características cristalinas ou amorfas e das transformações pelas quais passam em várias etapas de seu processamento (HOTZA, 2007).

Entre as características físicas das placas cerâmicas, destacam-se a porosidade medida pela absorção de água (%) e a resistência mecânica medida pela carga de ruptura (N) ou módulo de resistência à flexão (MPa). Existe uma relação direta entre essas duas variáveis, e seus efeitos são inversamente proporcionais, ou seja, quanto menor a taxa de absorção de água, maior a resistência mecânica do corpo cerâmico (SOARES, 2010).

A NBR 13818:1997 mostra a classificação das placas cerâmicas segundo as características físicas obtidas pelo método de prensagem, de acordo com a absorção de água e resistência à ruptura, como mostrado na tabela 3.

Tabela 3: Características físicas das placas cerâmicas segundo a NBR 13818

Produto	**Absorção de água (%)**	**Módulo de resistência á flexão (Mpa)**
Grês porcelanato	Abs ≤ 0,5	≥35
Grês	0,5 < Abs ≤ 3	≥20
Semigrês	3 < Abs ≤ 6	≥22
Semiporoso	6< Abs ≤ 10	≥18
Poroso	Abs > 10	≥15 para espessura ≥7,5mm
		≥12 para espessura <7,5mm

Fonte: NBR 13818 (1997)

Podemos perceber que a NBR 13818:1997, de placas cerâmicas, mostra as características exigidas ao produto acabado e os métodos de ensaio para avaliar a qualidade dos produtos cerâmicos brasileiros. Em geral, as características finais dos revestimentos cerâmicos consistem principalmente da seleção cuidadosa de matérias-primas, da proporção de cada matéria-prima na massa cerâmica e das condições de processamento de matérias-primas em cerâmica (compactação e queima). O controle de qualidade é feito por meio de testes físicos e químicos para avaliar o desempenho dos materiais cerâmicos e verificar se eles atendem às características exigidas, se a estrutura é compatível com o produto ou se há defeitos no processo de fabricação (SOARES, 2010).

3.4 MATÉRIAS-PRIMAS

O termo "matéria-prima" refere-se a todos os materiais que são incorporados ao produto durante o processo de fabricação. Na produção de corpos cerâmicos (também conhecidos como biscoitos ou transportadores), são empregadas massas

cerâmicas que podem ser divididas em massa simples ou naturais, quando apenas uma matéria-prima é usada, e em massas cerâmicas quando existe a mistura de várias matérias-primas na massa (MOTTA et al., 2002).

A seleção das matérias-primas que compõem a massa cerâmica deve ter as características exigidas do produto e os critérios básicos das características inerentes ao processo de fabricação, que dependem da composição química e mineral de cada matéria-prima utilizada (SOUZA et al., 2000).

As matérias-primas cerâmicas geralmente podem ser divididas em: plásticas, que são os minerais argilosos, e não plásticas, que são os fundentes, quartzo e talco. Ambas têm funções importantes ao longo do processo de produção cerâmico. Na fase de conformação, as matérias-primas plásticas são essenciais, pois conferem características importantes, como plasticidade e resistência mecânica, enquanto na fase de processamento térmico, atuam as não plásticas, que conferem características como estrutura e cor (MOTTA et al., 1998).

Os materiais argilosos são materiais altamente finos, de modo que podem fornecer uma mistura com alta coesão e processabilidade, tornando esses produtos com excelente plasticidade e facilidade no processo de execução de revestimento (RECENA, 2017).

De acordo com Santos (2009), a principal função dos fundentes é tornar as impurezas existentes mais fusíveis. Calcário, dolomita, feldspato, óxido de manganês e óxido de ferro são os principais fundentes na fabricação de revestimentos.

Na produção de revestimentos cerâmicos, não existe uma única matéria-prima, como acontece com os tijolos e as telhas cerâmicas, pois para formar uma boa fórmula, com boa estabilidade e boa fundência, é necessário misturar várias matérias-primas com diferentes propriedades químicas. Heck, (1996, p.21) afirma que "é fundamental manter a homogeneidade do lote e atender às especificações, a fim de evitar variações de tonalidade e variações na fundência da composição”.

O conhecimento da composição química (presença de óxidos principais) e mineralogia (fases cristalinas) da composição da massa cerâmica é essencial para prever o comportamento da massa e as características do produto final ao longo do processo de fabricação. Também orienta a proporção de cada componente, a fim de otimizar todo o processamento através de benefícios econômicos e melhorar as qualidades técnicas e estéticas necessárias para o corpo cerâmico. Geralmente através de análises mineralógicas, análises de composição química, análises térmicas

e termogravimétricas diferenciais, análises granulométricas, índice de plasticidade e determinação de propriedades físicas e mecânicas com mudanças de temperatura, são usadas para estudar as matérias-primas e determinar seus usos técnicos (SOARES, 2010).

O óxido de silício (SiO_2), óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido potássio (K_2O), óxido de sódio (Na_2O), óxido de cálcio (CaO), óxido de magnésio (MgO) e óxido de ferro (Fe_2O_3), são os principais óxidos encontrados nas matérias-primas de uma massa cerâmica de revestimento e cada um tem uma função específica durante o processamento produtivo e irão conferir as propriedades finais do produto cerâmico (SANTOS, 1989).

As matérias-primas que compõem os revestimentos cerâmicos devem sempre ter um baixo teor de óxido de ferro, pois isso afeta a cor da peça produzida, porque a eficácia dos pigmentos adicionados à composição afeta diretamente a brancura da peça (GIBERTONI, 2008).

3.4.1 Argilas

Segundo a Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT (NBR 6502/95), a argila é um solo finamente classificado composto por partículas menores que 0,005 mm de tamanho. A argila tem plasticidade, textura e consistência sob condições naturais e umidade. É fácil moldá-la em diferentes formas quando totalmente úmida e tem coesão suficiente quando seca, o que pode formar aglomerados difíceis de decompor pela pressão dos dedos.

Para Rocha, Suarez e Guimarães (2014), as argilas possuem uma granulometria muito fina e diâmetro inferior a 2μm. Outra característica muito importante dessas partículas é que, quando umedecidas com água, formam uma mistura com uma certa plasticidade.

A argila tem a função de fornecer propriedades plásticas em verde para garantir o melhor desempenho durante a compactação do corpo de cerâmica, bem como a resistência mecânica úmida, seco e após a queima. Além de possuir um método de processamento simples e se disponibiliza em grandes quantidades (RODRIGUES et al., 2004).

Ainda segundo a NBR6502/95 da ABNT, as argilas podem ser quimicamente definidas como o mais puro silicato de alumínio hidratado. As argilas plásticas tem um teor de alumina muito alto (parte plástica) e a argila magra tem um alto teor de sílica

(parte não plástica). A maior plasticidade também é fortemente afetada pelo tamanho de partículas finas e pela matéria orgânica das argilas.

No processo de preparação da massa de revestimentos cerâmicos, são usadas misturas de argilas, tanto argilas cauliníticas (pouco plásticas) como argilas do tipo ilítica (plásticas), essa mistura favorece: a cor de queima clara; atuam como ligantes e plastificantes; facilitam a fluidez, devido a suas propriedades fundentes proporcionam uma boa densidade na queima e uma ótima resistência mecânica (BIFFI, 2006).

Uma grande preocupação são os minerais contaminantes mais frequentes das argilas são: os óxidos de ferro, pirita, siderita, minerais de titânio, gipsita e dolomita. A forma, o tipo e quantidades destes, podem modificar as propriedades das argilas como a resistência mecânica, ponto de fusão, cor e plasticidade, como também podem influenciar o uso, as rotas de processo e a aplicação da argila na indústria cerâmica (LUZ e LINS, 2005).

Podemos diferenciar as argilas umas das outras principalmente pela associação de elementos químicos de natureza diversa e pela distribuição granulométrica. As principais categorias de argilominerais são caulinita, ilita, halosita, clorita e esmectita. Para o revestimento cerâmico a ilítica e a caulinítica são os mais importantes, sendo que a forma mais pura de argila que podemos encontrar na natureza é a caulinita (OLIVEIRA et al., 1998).

De acordo com MOTTA et al. (1998), no setor cerâmico, as argilas são denominadas segundo critérios técnicos e jargão cerâmico, de acordo com a sua principal característica avaliada na etapa de queima:

- Argilas de queima vermelha ou avermelhada: possuem alto conteúdo de óxido de ferro (> 4%) e são utilizadas principalmente em placas cerâmicas de revestimento com a massa preparada por via seca;
- Argilas de queima clara ou branca: são normalmente argilas cauliníticas com baixo ou nenhum conteúdo de óxidos corante como o ferro ou titânio e são aplicadas em placas cerâmicas de revestimento produzidas por via úmida;
- Argilas fundentes ou gresificadas: são compostas por uma mistura de argilominerais, que incluem a ilita, caulinita e esmectita, com proporção variada de quartzo e outros minerais não plásticos, com presença de óxidos fundentes. Permitem a obtenção de valores interessantes de módulo de ruptura à verde (úmido e seco) e também após queima, já que geralmente dão origem a

materiais gresificados. Estas argilas são utilizadas no Brasil no processo de produção a seco e apresentam coloração avermelhada;

- Argilas carbonáticas: apresentam, calcita, dolomita ou magnesita na matriz argilosa variável. As associações mineralógicas presentes nestas argilas podem ser ilítico-cloríticas e eventualmente ilítico-caulinítica. Estas argilas contribuem também para conferir plasticidade a massa e, geralmente após a queima apresentam coloração bege-laranja devido à presença de minerais ferrosos (OLIVEIRA, 2000).

No seu estudo, Soares (2010), relata que uma argila para ser considerada de boa qualidade utilizada para uma determinada função, ela deve ter uma composição química apropriada e a quantidade da composição química também deve ser conhecida. As propriedades de uma argila são determinadas pela presença ou ausência dos óxidos de silício, alumínio, potássio, sódio, ferro, magnésio, cálcio e outros que podem estar presentes em menor quantidade.

Nas últimas duas décadas, o vigoroso desenvolvimento da indústria de revestimentos cerâmicos levou a um forte aumento na demanda por argila plástica. Essa demanda promoveu novos produtores a entrar no mercado internacional. Muitos países não diferenciam a argila plástica da argila comum (OLIVEIRA e HOTZA, 2015).

3.4.2 Caulim

“O termo caulim pode ser usado para nomear rochas que contêm caulinita como constituinte principal. O caulim é uma rocha de granulação fina composta por materiais argilosos, geralmente com baixo teor de ferro, branco ou quase branco” (LUZ, et.al., 2005, p. 255).

Para Luz e Ribeiro (2008), os tipos de caulins variam de acordo com suas propriedades físicas: alvura, cristalinidade, opacidade, viscosidade e o formato das partículas. As impurezas, como óxidos de ferro e titânio, mica e feldspato, afetam diretamente a cor e alvura, reduzindo assim a qualidade. Para promover seu uso ideal, são necessárias operações de processamento, que dependem do uso pretendido. Existem dois processos de beneficiamento: via seca e via úmida.

Na produção de revestimento cerâmico a quantidade de caulim varia de 10% a 15%, além proporcionar brancura após a queima (para tornar a peça refratária),

também é uma importante fonte de óxido de alumínio, que durante a vitrificação da massa cerâmica torna-se um regulador do equilíbrio das reações (BIFFI, 2006).

Em peças cerâmicas, o caulim também pode ser usado como uma liga de componentes no estado verde e também pode fornecer plasticidade para modelagem do corpo na presença de água (ALBUQUERQUE et al.,2007).

O mineral do caulim mais comum e mais importante é a caulinita, além da caulinita, no caulim bruto podem apresentar quartzo, feldspato, mica e outros minerais menores, como: gibsita, clorita, turmalina, topázio, hematita e pirita.

A caulinita é um silicato de alumínio hidratado, cuja célula unitária é expressa por $Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$. A caulinita possui uma composição química teórica de 39,50% de Al_2O_3, 46,54% de SiO_2 e 13,96% de H_2O; no entanto, podem ser observadas pequenas variações em sua composição (LUZ, et. al,. 2005).

3.4.3 Quartzo

O quartzo, forma alotrópica da sílica na temperatura ambiente, é um dos minerais mais puros e abundantes da crosta terrestre. Sua estrutura consiste em uma rede tridimensional de tetraedros conectados em uma estrutura compacta, consistente com sua alta densidade. Os vazios abertos na sua estrutura são tão pequenos que outros átomos não podem entrar, o que contribui para sua alta pureza. As principais fontes de quartzo para a indústria cerâmica são os arenitos e os quartzitos (FERRARI et al., 2005).

O quartzo desempenha um papel muito importante na cerâmica de revestimento, porque ajusta a plasticidade da massa, promove a etapa de secagem e a fuga de gases durante o processo de queima, garante a estabilidade das peças, regula a viscosidade da fase líquida formada durante a queima e o coeficiente de expansão térmica (FERRARI et al., 2000). Apesar de possuir uma função importantíssima, o quartzo é uma matéria-prima de baixo custo.

Para Albuquerque et al., (2007), o quartzo atua como preenchimento, sendo a fase estável a temperatura de sinterização, reduzindo a retração, ou seja, desempenha um papel no controle da dilatação e na distorção da peça cerâmica. Também é usado para reduzir a plasticidade da mistura de matérias-primas e aumentar a permeabilidade da peça crua.

3.4.4 Calcário

O calcário é uma rocha composta principalmente de carbonato de cálcio e pode aparecer na forma de calcita ou aragonita, sendo esta última uma substância auxiliar para os minerais. Na crosta terrestre, quase não há calcário composto apenas de carbonato de cálcio (Holanda et al., 1987).

O calcário é uma substância natural da mais alta importância para as indústrias e ocorre em jazidas sedimentares formando brancos ou camadas mais ou menos regulares. É um carbonato de cálcio as vezes puro, as vezes contendo proporções de ferro, manganês, sais alcalinos, magnésio, sílica, alumina, argila, etc. É introduzido nas massas sob forma de pó fino e às vezes pelas próprias argilas como composto de cálcio. É importante ressaltar que as concreções calcárias devem ser finamente moídas ou removidas, se possível, pois se o calcário, mesmo que moído, for abundante, poderá deformar os corpos cerâmicos, quando queimados a temperatura elevada (SENAI, 2006).

A adição de 1% de calcário numa massa tem o mesmo poder fundente que 10% de feldspato, em temperaturas acima de 1100ºC. O uso do calcário nas massas as torna mais claras e melhora a dilatação térmica, além de aumentar a resistência mecânica. Na indústria de revestimento cerâmico os calcários são usados para a fabricação de azulejos e alguns tipos de pisos (SENAI, 2006).

3.4.5 Talco

O talco é um silicato de magnésio hidratado com composição mineralógica teórica. Sua aplicação na massa dos materiais cerâmicos tem os seguintes objetivos: alterar a fundência para reagir com feldspato a baixa temperatura para formar uma reação eutética; reduzir a temperatura da vitrificação da massa; acelerar a densificação do material; formar uma fase cristalina com alta resistência mecânica e melhorar a resistência ao choque térmico durante ciclos de queima rápidos (VIEIRA et al., 2007).

Marino et. al (2000), relata que a adição de talco à massa cerâmica padrão para revestimento, produziu um aumento significativo do módulo de resistência a flexão (MRFq). Explica também que a adição do talco em formulações de massa cerâmica provoca um aumento inicial da retração linear de queima, seguido de uma diminuição da absorção de água. Porém, com o aumento progressivo dos percentuais

incorporados de talco, a retração linear diminui consideravelmente. Isto se deve ao comportamento da expansão térmica do talco em temperaturas mais elevadas

3.4.6 Feldspato

Os feldspatos são definidos como silico-aluminatos de metais alcalinos e alcalinos terrosos. Ele é dividido nos seguintes tipos: Ortoclássio (feldspato potássico); Albita (feldspato sódico); Anortita (feldspato cálcico) (BIFFI, 2006).

O feldspato contribui principalmente para a densificação das peças e, portanto, contribui para as propriedades exigidas dos revestimentos cerâmicos (ROSSO, CUNHA e ROJAS-RAMÍREZ, 2005).

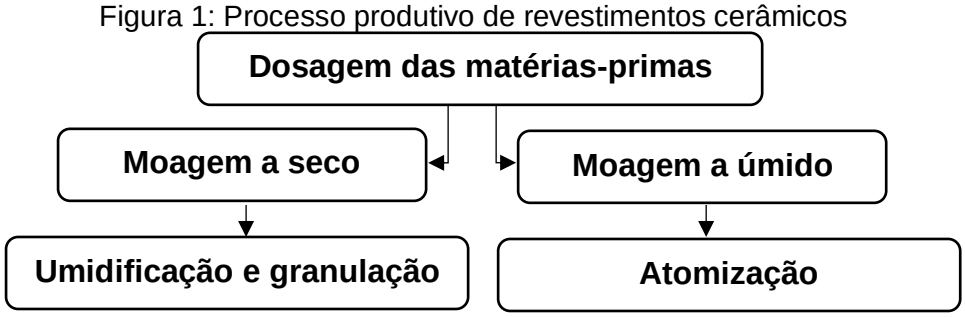
A incorporação de feldspato na massa, tem um efeito de fundente, pois fornece as primeiras fases líquidas durante o processo de queima, contornando as partículas mais refratárias, aproximando-as por meio das forças de tensão superficial que são geradas nos poros mais finos, fato que gera contração da peça, sendo responsáveis pelo processo inicial de densificação (RIELLA, FRANJNDLICH e DURAZZO, 2002).

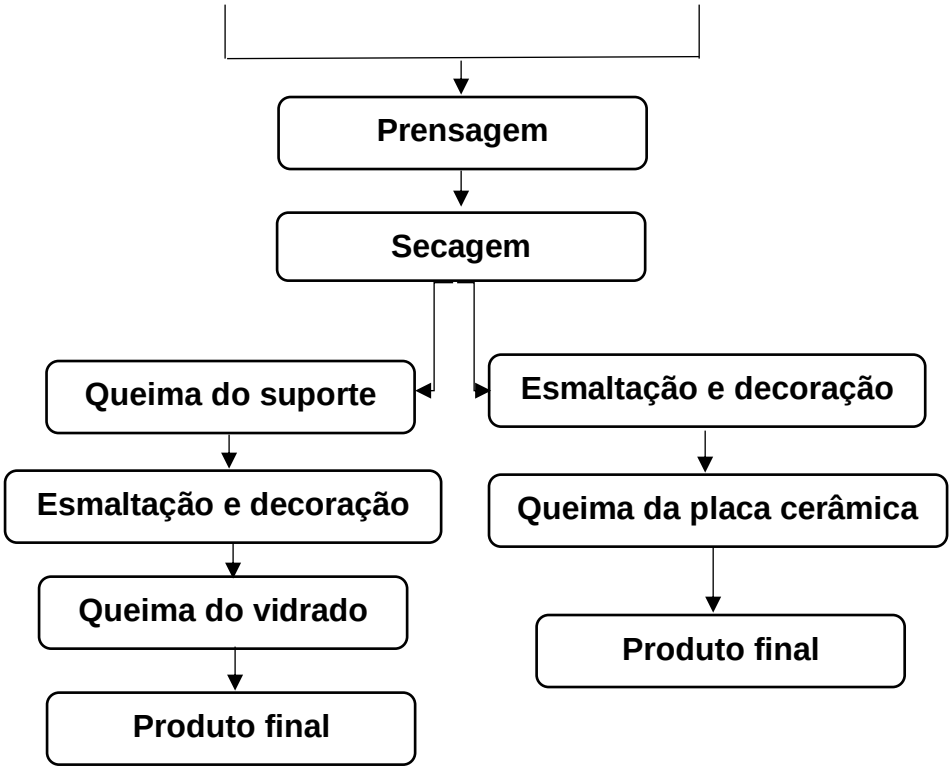
3.5 PROCESSO DE PRODUÇÃO DO REVESTIMENTO CERÂMICO

As características finais dos revestimentos cerâmicos dependem não apenas das matérias-primas que compõem a massa, mas também do processo de produção e do controle de suas variáveis, além de avaliar a interação entre aspectos técnicos e parâmetros de processamento em cada etapa do processo (OLIVEIRA, 2000).

De acordo com Tamaki (2010), geralmente, o processo de fabricação de cerâmica de revestimento é o mesmo, usando um método de queima única e, em alguns casos, um método de queima dupla. Nesse caso, é claro que o controle das matérias-primas é feito com precisão, e o produto também pode ser decorado com sais solúveis e esmalte. Além disso, esses produtos podem ou não ser polidos na superfície. A figura 1 abaixo apresenta o fluxograma de fabricação de placas cerâmicas.

Figura 1: Processo produtivo de revestimentos cerâmicos





Fonte: Autora (2021)

Na indústria de revestimentos cerâmicos, geralmente, o processo produtivo inclui: dosagem de argila, moagem a seco e homogeneização, granulação de massas com um teor de umidade de cerca de 10%, prensagem em um molde de 25 MPa, esmalte e queima única (SOARES, 2010).

3.5.1 Preparação da massa

Após uma cuidadosa seleção das matérias-primas, elas passam por processos de moagem e mistura (homogeneização). O objetivo da moagem é fragmentar e homogeneizar as matérias-primas dentro da faixa de distribuição de tamanho de partículas especificadas (OLIVEIRA, 2000).

Na fabricação de revestimento cerâmico, para obter uma boa estabilidade, é utilizada uma mistura de matérias-primas. A homogeneidade é muito importante; portanto, para evitar alterações nas peças produzidas, as matérias-primas em seu estado natural devem passar pelo processamento de seleção de materiais. Nesta seleção, as matérias-primas são decompostas e trituradas e depois classificadas de acordo com o tamanho das partículas (GIBERTONI, 2004).

O controle durante o processo de moagem é muito importante, pois a moagem escassa causará partículas grossas na massa e causará desestabilidade dimensional,

reduzindo assim a reatividade da massa e prejudicando o desempenho técnico do produto (MANFREDINI & SCHIANCHI, 2002).

De acordo com Carnio (2013), em uma fábrica de cerâmica de revestimento, o processo de produção é dividido em dois tipos, de acordo com o método de preparação da massa em via seca e via úmida.

A via seca consiste nas seguintes etapas: lavra; secagem; moagem a seco; conformação, decoração e queima. A secagem é realizada naturalmente, expondo-a ao sol. A moagem via seca é feita com a umidade das matérias-primas em no máximo 5%, depois a massa é umedecida e granulada para etapa posterior, a prensagem. A granulação é o processo de microgranulação das partículas das matérias-primas moídas a seco e proporciona a obtenção de aglomerados de partículas.

Já a via úmida utiliza-se as seguintes etapas: mistura de várias matérias-primas, que são moídas e homogeneizadas em moinhos de bola, em meio aquoso; secagem e granulação da massa em “spray dryer” (atomizador); conformação, decoração e queima.

Na preparação da massa por via úmida as matérias-primas são moídas com umidade em torno de 40%, posteriormente são atomizadas. A atomização é um processo de desumidificação da massa moída a úmido e que possibilita no final do processo, a obtenção de grãos arredondados com umidade e distribuição granulométrica apropriadas para a etapa de prensagem.

No Brasil, as massas moídas a seco são normalmente as de queima vermelha e as moídas a úmido são as que apresentam cor clara após a queima. Segundo Lolli et al., (2000), a tecnologia de moagem via seco também é aplicável às massas claras. A moagem via seca está sendo utilizada em grande escala nas novas unidades industriais para produção de produtos com menor valor agregado e grandes produções (MOTTA et al., 1998), enquanto a via úmida em produtos de melhores propriedades tecnológicas e consequentemente de maior valor agregado.

Comparada ao sistema úmido, a moagem a seco tem muitas vantagens, como: menores custos de energia, principalmente energia térmica; eliminação de custos relacionados a defloculantes e aditivos; redução de custos de manutenção e menor impacto ao meio ambiente. A vantagem da via úmida é o aumento da produtividade. Torna o tamanho das partículas mais fino e homogeneiza melhor as matérias-primas. Ao reduzir o tamanho das matérias-primas e suas impurezas, problemas no esmalte

podem ser evitados e a massa será reativa quando queimada, resultando em produtos de maior qualidade (LOLLI, et al., 2000).

3.5.2 Prensagem

Segundo a norma NBR 13816 da ABNT a prensagem é processo de fabricação de placas cerâmicas para revestimento cujo corpo foi conformado em prensas, a partir de uma mistura finamente moída. Esta é uma etapa muito importante no processo de produção de revestimento cerâmico, porque a compactação inadequada causará alguns defeitos ao produto final, danificando seriamente sua qualidade (SOARES, 2010).

A prensagem é a operação de conformação que se baseia na compactação de um pó granulado (massa) contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A operação compreende três fases que são elas: preenchimento da cavidade do molde; compactação da massa e extração da peça. Esse é o processo mais usado na indústria cerâmica, devido à sua alta produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de vários tamanhos e formas, sem retração por secagem e baixas tolerâncias de tamanho (ALBARO, 2000).

Segundo Albaro (2000), a prensagem uniaxial é a técnica mais usada no processamento de materiais cerâmicos. Ela consiste na compactação de uma massa aglomerada contida em uma cavidade rígida, mediante a aplicação de pressão em apenas uma direção axial através de uma ou várias punções rígidas. A cavidade rígida consiste em uma base móvel (denominada punção inferior) e uma paredes móvel ou fixa (denominada de matriz do molde).

Porém é importante relatar que também existe o processo de conformação por extrusão, apesar de não ser usado nos materiais cerâmicos, é um processo no qual o material é forçado através de uma matriz, de forma similar ao aperto de um tubo de pasta de dentes. Praticamente qualquer forma de seção transversal vazada ou cheia pode ser produzida por extrusão. Como a geometria da matriz permanece inalterada, os produtos extrudados têm seção transversal constante. Dependendo da ductilidade do material a extrudar, o processo pode ser feito a frio ou a quente.

Ainda segundo o autor acima, a operação de prensagem tem como objetivo obter peças uniformes, segundo com as dimensões e geometria pré-estabelecidas,

como também colaborar na obtenção de uma microestrutura apropriada às características finais esperada.

O processo de prensagem deve garantir que a peça conformada tenha uma microestrutura que proporcione uma resistência mecânica após secagem para suportar as diversas solicitações ao longo do processo produtivo, além de permeabilidade suficiente para que todas as reações que envolvam troca de gases durante a etapa de aquecimento se completem no tempo adequado; permita que o produto final apresente as características microestruturais desejadas (porosidade, distribuição de tamanho de poros, tamanho de grão, etc.), que irão determinar as características técnicas da peça (resistência mecânica, absorção de água, etc.).

3.5.3 Secagem

A secagem é o próximo passo após a conformação da peça cerâmica crua, esse é um processo relativamente simples, mas deve-se tomar cuidado para evitar defeitos em peças compactadas (SOARES, 2010).

A secagem é um processo de tratamento térmico que pode ser definido como a eliminação da maior parte da água contida no corpo moldado por evaporação gradual. Nesta etapa, deve-se notar que, à medida que a água evapora, a densificação das matérias-primas aumenta a resistência mecânica. Isso se deve à força atrativa entre o empacotamento e as partículas, que promove o aumento da força de ligação entre as partículas (OLIVEIRA, 2000).

Ainda segundo o autor acima, para evitar as trincas e pequenas fissuras depois da secagem e para que a peça suporte a fase de impressão serigráfica, a peça cerâmica crua deve apresentar uma retração de secagem de no máximo 0,3% e um módulo de tensão a ruptura superior a 2,5 Mpa.

Os equipamentos utilizados no processo de secagem das peças cerâmicas compactadas são secadores que atuam por meio de calor e podem ser contínuos ou verticais (BRISTOT, 1996). As peças cerâmicas compactadas são colocadas no secador para eliminação de parte da água necessária para a etapa de conformação. Com isso o corpo compactado adquire resistência mecânica para as etapas posteriores do processamento cerâmico.

3.5.4 Esmaltação e decoração

Nesta fase, as peças cerâmicas secas recebem a aplicação de esmaltes, tintas e decorações cerâmicas, que determinam o efeito estético do produto final. Além da estética, o esmalte cerâmico também tem a função de fornecer uma superfície dura resistente ao desgaste, baixa permeabilidade e fácil limpeza (OLIVEIRA, 2000).

A falta de consistência entre o esmalte e o suporte da cerâmica leva a defeitos no produto acabado, como deformações ou empenamentos, gretamento e lascamento. Trincas podem surgir por dilatação-retração do suporte e do esmalte não bem adaptados, com a utilização de esmaltes com dilatação térmica excessiva (MARTÍN, 2004).

Para evitar ou minimizar os defeitos causados pela falta de consistência entre o esmalte e o suporte, deve-se aplicar uma camada intermediária, o engobe. A aplicação deste é praticamente imprescindível na monoqueima e aconselhada na biqueima.

O engobe é uma composição mais ou menos vítrea que geralmente é aplicada sobre um suporte cerâmico, tendo as seguintes funções: inibir as eventuais reações entre o esmalte e impurezas cromóforas provenientes da massa; o ajuste do acordo dilatométrico entre o suporte e esmalte; e a diminuição do custo do esmalte aplicado (OLIVEIRA, 2000). O mesmo autor ainda ressalta que os engobes devem promover adesão ao suporte queimado e formação de uma camada intermediária entre o suporte e o esmalte, fortemente desenvolvida.

3.5.5 Queima

A queima é a etapa mais importante em todo o processo de fabricação de revestimentos cerâmicos. É durante o processo de queima que todas as transformações químicas, físicas e de microestrutura ocorrem, e essas transformações consolidam as características finais do produto cerâmico, como cor do suporte, porosidade, resistência mecânica, coeficiente de expansão térmica, entre outros. Também e na queima, que aparecem a maioria dos defeitos causados pela má implementação das etapas anteriores (seleção de matérias-primas, preparação de massa, conformação e secagem) ou defeitos de fabricação relacionados à etapa de queima (SOARES, 2010).

Segundo Reed (2005), o processo de queima acontece em três fases, que são elas: Reações preliminares a sinterização, que incluem queima da matéria orgânica e eliminação de produtos da decomposição e oxidação; Sinterização, que é a consolidação caracterizada pela contração (implica que dentro do produto as partículas se unem em um agregado que possui resistência mecânica) e densificação do produto; e por último o resfriamento.

A queima de materiais cerâmicos não significa apenas aquecê-los a uma determinada temperatura, mas deve-se considerar a velocidade do aquecimento, a taxa de resfriamento e o tempo de permanência na temperatura mais alta, pois o alto gradiente térmico no produto pode causar trincas, o que deve ser evitado (FERNANDES, 2002).

Os revestimentos cerâmicos são obtidos por processamento de biqueima tradicional, biqueima rápida e monoquiema. A biqueima é bastante utilizada, principalmente em massa preparada por via seca. A monoqueima trouxe benefícios de ordem técnica e econômica à produção de azulejos porosos, permitindo a utilização de matéria-prima de baixo custo, maior resistência mecânica do suporte, retração muito baixa e soluções estéticas de valor (BITTENCOURT et al., 2001).

A monoporosa pode ser definida como o procedimento de fabricação de revestimentos porosos através de prensagem a seco e ciclo de monoqueima rápida. Vantagens de obtenção de produtos com características químicas, físicas e mecânicas melhores que os tradicionais produtos porosos obtidos com as antigas técnicas de biqueima (OLIVEIRA, 2000).

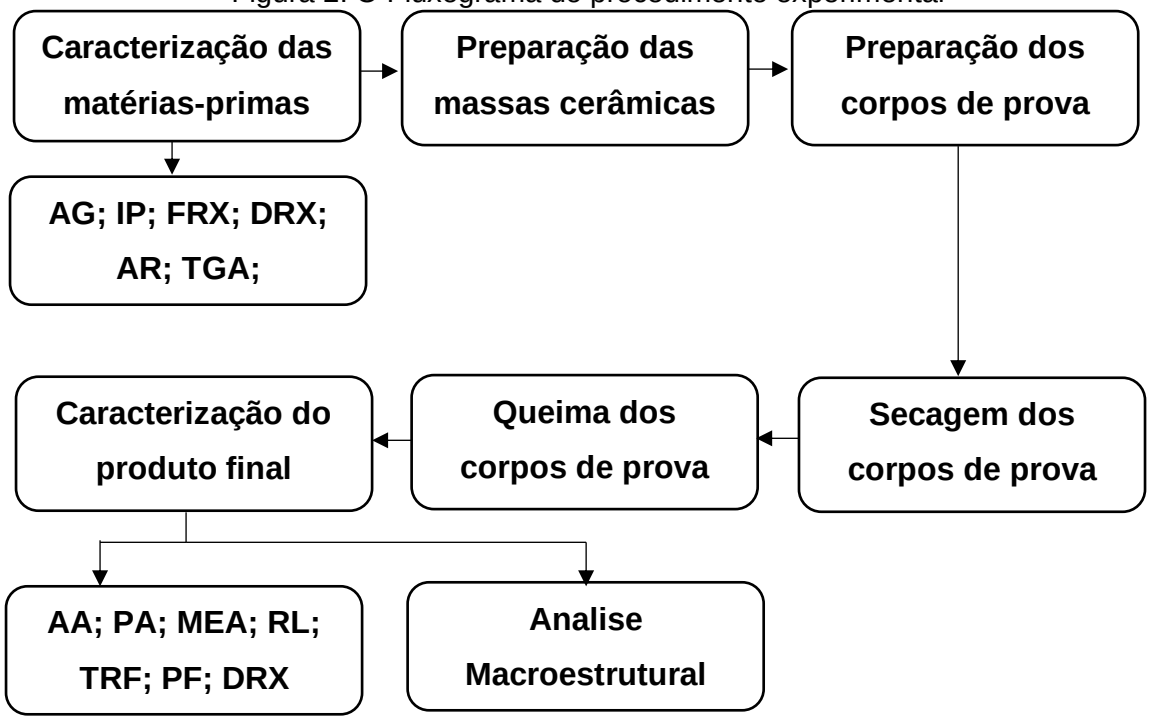
A introdução de ciclos de queima rápida (< 1hora) constitui se numa das mais importantes inovações do setor cerâmico. Isto foi possível devido ao conhecimento das transformações ocorridas durante a queima e a utilização de tecnologia avançada como os fornos mais sofisticados. Com o ciclo rápido foi possível obter ganhos energéticos, produtividade e flexibilidade do processo. Porém alguns defeitos na peça podem surgir com a utilização da queima rápida como coração negro e deformações na superfície devido a combustão incompleta ou fissuras provocadas pela elevada pressão dos gases que saem do interior da peça (MELCHIADES et al., 2001).

4. MATÉRIAIS E MÉTODOS

4.1 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

São apresentados os materiais, a metodologia, os equipamentos e as técnicas de caracterização que foram utilizadas no experimento. O fluxograma do procedimento experimental utilizado no trabalho é descrito na figura 2.

Figura 2: O Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Autora (2021)

4.2 MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS

De início, foi realizada a coleta das matérias-primas no estado do Piauí, na cidade de Teresina, o quartzo, de areias do rio Poty e o caulim, localizado na rua Ulisses Marquês, nas proximidades da UFPI; o calcário na cidade de São Raimundo Nonato, em uma mina da região e a argila de queima branca na cidade de Floriano, em uma jazida localizada em área de um extinto riacho do município. Nas figuras 3,4,5 e 6 são apresentadas as matérias-primas coletadas, no estado do Piauí.

Figura 3: Quartzo

Fonte: Autora (2021)

Figura 4: Caulim

Fonte: Autora (2021)

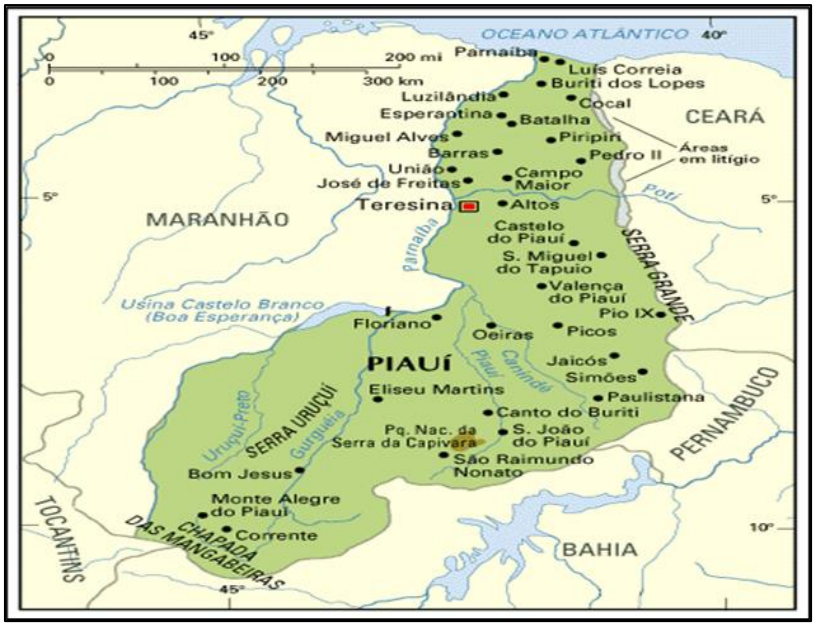
Figura 5: Calcário

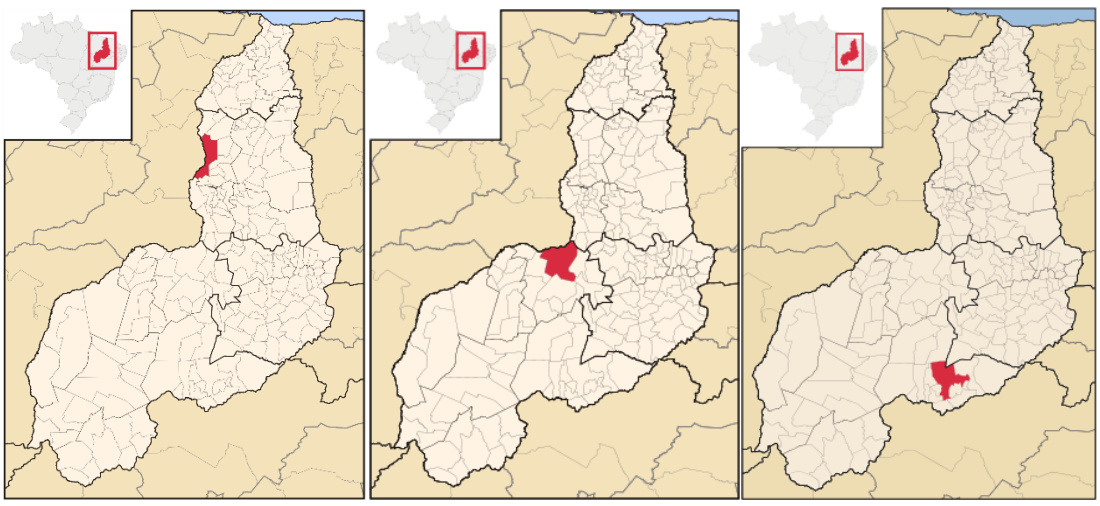
Fonte: Autora (2021)

Figura 6: Argila

Fonte: Autora (2021)

Figura 7: Mapa do Piauí, com destaque para as cidades de Teresina, Floriano e São Raimundo Nonato





4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

As matérias-primas utilizadas foram caracterizadas por técnicas de: análise granulométrica (AG); análise de plasticidade, análise química por fluorescência de raios X (FRX); análise mineralógica por difração de raios X (DRX); análise racional (AR) com base nos resultados obtidos na FRX e DRX; análises térmicas por termogravimétrica (TGA).

Em uma pesquisa, a caracterização das matérias-primas utilizadas na massa cerâmica é muito importante. Utilizando um conjunto de técnicas, é possível verificar as reações e transformações que ocorrem durante o processo de produção que são responsáveis pelas características do produto final. Como resultado, a aplicação desses materiais nas massas cerâmicas pode ser avaliada na proporção correta, para que as propriedades necessárias de cada cerâmica possam ser melhoradas (SOARES,2010).

4.3.1 Análise granulométrica

A análise granulométrica seguirá o método de peneiramento descrito na ABNT NBR 7181 (1984), em que foram utilizadas cinco peneiras ordenadas da maior malha para a menor malha. O agitador de peneiras da marca Lucadema, foi utilizado para a realização do ensaio de granulometria através de peneiramento.

4.3.1.1 Análise de Plasticidade

Foi determinada a plasticidade da massa argilosa coletada através dos limites de Atterberg, limite de liquidez (LL) e limite de plasticidade (LP), de acordo com as NBR's 6459 e 7180 da ABNT. Estes valores foram determinados através do ensaio Casagrande, realizado em aparelho de mesmo nome. O limite de liquidez corresponde à quantidade máxima de água que pode ser adicionada a argila sem que esta perca a capacidade de ser moldada. O limite de plasticidade representa o total de água que pode ser adicionado à massa de forma que esta consiga ser conformada segundo determinada geometria. O índice de plasticidade é obtido através da equação 1, abaixo:

$$\mathbf{IP = LL - LP} \qquad (1)$$

Onde:

IP = índice de plasticidade

LL = limite de liquidez

LP = limite de plasticidade

Figura 8: Aparelho de Casagrande

Fonte: Autora (2021)

4.3.2 Análise química

A composição química das matérias-primas foi determinada por fluorescência de raios X por energia dispersiva (FRX). Para isso, foi utilizado o equipamento Espectrômetro por Fluorescência de Raios X. Para realizar as análises foi usado o método semiquantitativo, numa atmosfera de vácuo.

A análise de fluorescência por raios X (FRX) consiste na emissão de um feixe de raios X em uma amostra, onde são emitidos átomos em resposta, característicos da amostra. Tais raios são conhecidos como raios X "fluorescentes" e possuem um comprimento de onda e uma energia específica que são característicos de cada elemento (CARASEK, TONJES e SCHARF, 2002).

Figura 9: Espectômetro de fluorescência de raios X

Fonte: Autora (2021)

4.3.3 Análise mineralógica

Para analisar a mineralogia das matérias-primas, bem como as fases formadas após a queima dos corpos-de-prova, análises de DRX foram realizados com material moído e passantes pela peneira de 325 mesh. A avaliação das fases de cada matéria-prima e produto final analisados foi dada por comparação entre os picos gerados no difratograma.

A difração de raios X é uma técnica usada para determinar a estrutura atômica e molecular dos cristais, na qual os átomos de cristal difratam os raios incidentes dos raios X em muitas direções específicas. Medindo o ângulo e a intensidade do feixe difratado, os cristalógrafos podem gerar uma imagem tridimensional da densidade de elétrons no interior do cristal. De acordo com a densidade de elétrons, a posição média dos átomos no cristal, bem como suas ligações químicas, desordem e várias outras informações, podem ser determinadas (NETO, 2004).

4.3.4 Análises térmicas

Para avaliação térmica das matérias-primas em estudo, foi utilizado o Analisador Termogravimétrico TGA-51H Shimadzu para o tipo de análise, foram utilizadas massas em torno de 15 mg, com granulometria inferior a 325 mesh, a taxa de aquecimento foi de 12,5 ºC/min entre 27ºC e 1000 ºC. A análise dos resultados e a obtenção da curva derivada da TG denominada DTG, foram realizadas utilizando o programa de computador denominado TA-60, para análises térmicas da Shimadzu.

Figura 10: Analisador térmico

Fonte: Autora (2021)

4.3.5 Análise racional

Para analisar a mineralogia das matérias-primas de forma quantitativa foi realizada a análise racional, utilizou-se dos resultados de fluorescência de raios X e difração de raios X, com isso, foi realizada a análise racional utilizando-se o programa computacional para análise racional de argilominerais “QuantFases" desenvolvido no Instituto Federal do Piauí (SILVA, 2015).

4.4 PREPARAÇÃO DAS MASSAS CERÂMICAS

As massas cerâmicas foram preparadas pelo processo via seca. Inicialmente as matérias-primas foram secas em estufa. As matérias-primas foram moídas a seco, separadamente, utilizando-se um moinho de bolas, até que atingissem uma granulometria que passasse em peneira 200 mesh. A massa cerâmica foi preparada em três diferentes formulações de massa básica (F1, F2, F3, F4). A dosagem da massa foi realizada com a utilização de uma balança eletrônica com sensibilidade de 0,01 g. Em seguida foi adicionado água até atingir o percentual de 10 % de umidade da massa. Ela foi homogeneizada e em seguida peneirada em malha de 200 mesh com o objetivo de transformar em pequenos aglomerados, para que possam tornar-se próximos de um pó atomizado no intuito de melhorar a reologia dos componentes. Depois da granulação, as formulações foram armazenadas em sacos plásticos vedados, para que não haja perda de umidade. Cada corpo de prova foi confeccionado utilizando cerca de 15 g de cada mistura, tal padronização da quantidade de massa se faz necessário para tentarmos adquirir uma uniformização na espessura. A formulação 2 (F2), não foi possível confeccionar, pois na mistura não tinha percentual de argila, então não foi possível obter plasticidade para conseguir compactar na prensa.

Tabela 4: Formulações das massas cerâmicas

Formulações das massas cerâmicas	**Concentração em peso (%)**			
	Caulim	**Calcário**	**Quartzo**	**Argila**
F1	-	20	20	60
F2	60	20	20	-
F3	30	20	20	30
F4	25	25	25	25

Fonte: Autora (2021)

4.5 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Na conformação foi utilizado porções de 15g para obtenção de corpos de prova da mesma massa. Foram confeccionados 35 corpos de provas de cada formulação com dimensões de 80mm x 10mm x 10mm, por prensagem uniaxial sob a pressão de 35Mpa. Destes 35 corpos de prova, cinco são para cada uma das três temperaturas de queima para a realização dos ensaios mecânicos, e o restante, são reservas em caso de problemas, totalizando 105 corpos de prova.

O equipamento utilizado foi uma prensa hidráulica Schulz modelo PHS 15t, com capacidade para 15 toneladas. Vale ressaltar que o teor de umidade (10 %) e a pressão de compactação (35 MPa) adotados neste trabalho serão os mesmos praticados pelas indústrias de revestimento, desta forma será possível obter resultados em laboratório mais próximos aos praticados na indústria.

Figura 11: Matriz de conformação

Fonte: Autora (2021)

Figura 12: Prensa hidráulica

Fonte: Autora (2021)

4.6 SECAGEM DOS CORPOS DE PROVA

Após a etapa de obtenção dos corpos de prova, os mesmos foram secos em estufa com controle de temperatura de 110ºC por 24 horas. Seguida a secagem, os corpos de prova serão pesados e medidos em suas três dimensões, altura, comprimento e largura, por um paquímetro com resolução de 0,02 mm. Também foram pesados em balança analítica eletrônica, com 0,01 g de resolução. O valor do comprimento inicial, de forma isolada, foi utilizado para posterior determinação da retração linear de queima.

4.7 QUEIMA DOS CORPOS DE PROVA

As amostras obtidas foram queimadas em forno e resfriadas naturalmente até a temperatura ambiente. Foi adotado um ciclo de queima com uma taxa de aquecimento de 10ºC/min, com um patamar de 30 minutos, nas seguintes temperaturas: 1000°C, 1100°C e 1200ºC. O resfriamento dos corpos ocorreu de forma natural até a temperatura ambiente ser atingida.

4.8 CARACTERIZAÇÃO DO PRODUTO FINAL

Após a realização da queima, foi avaliado as propriedades de cada produto final, os corpos de prova de cada formulação foram avaliados em uma análise macroestrutural (AM) e propriedades técnicas como: perda ao fogo (PF); absorção de água (AA); porosidade aparente (PA); massa específica aparente (MEA); retração linear de queima (RLQ); tensão de ruptura á flexão em três prontos (TRF). Para a análise da formação de fases e observação do desenvolvimento microestrutural utilizou-se a difração de raios X (DRX). Em cada ensaio realizado foram utilizados 05 corpos de prova.

4.8.1 Perda ao Fogo

A perda ao Fogo (PF) é definida como sendo a variação de massa que o corpo cerâmico apresenta após o processamento de secagem e de queima. A determinação da PF é feita com amostras que apresentam peso constante após secagem a 110ºC e os resultados são expressos em % de perda em relação à massa da amostra seca (110ºC) pela equação 2 abaixo:

$$\boldsymbol{PF}(\%) = \frac{\boldsymbol{Pi - Pf}}{\boldsymbol{Pi}}\ \boldsymbol{x\ 100} \quad (2)$$

Sendo:

PF = perda ao fogo

Pi= peso inicial do corpo de prova verificado após secagem a 110ºC (g)

Pf = peso final do corpo de prova verificado após queima (g)

4.8.2 Absorção de Água

A absorção de água é o valor em porcentagem da massa de água absorvida pelo corpo após a queima. Primeiramente, os corpos de prova, após o resfriamento da queima, serão secos em estufa a 110ºC por 24 horas, e em seguida serão pesados em balança eletrônica, depois serão submersos em água destilada por 24 horas. Após esse tempo, os corpos de prova serão removidos e o excesso de água superficial será retirado com um pano umedecido e novamente foram pesados a fim de calcular o valor de água que cada corpo de prova absorveu. O valor da absorção de água, em percentual mássico, foi obtido através da equação 3, abaixo:

$$\boldsymbol{AA}(\%) = \frac{\boldsymbol{Pu - Ps}}{\boldsymbol{Ps}}\ \boldsymbol{x\ 100} \quad (3)$$

Sendo:

AA = absorção de água em porcentagem

Pu= massa do corpo de prova úmido (g)

Ps= massa do corpo de prova seco (g)

Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de prova distintos.

4.8.3 Porosidade Aparente

A porosidade aparente é um provável percentual do volume de poros abertos, após a queima, dos corpos de prova em relação ao seu volume total. Para obtenção dos dados para o cálculo da porosidade aparente, será da seguinte forma: antes da pesagem dos corpos de prova úmidos, os mesmos foram pesados submersos em água após 24 horas, pelo método da balança hidrostática. Com os resultados do peso

seco (Ps), peso úmido (Pu) e peso imerso (Pi) será possível calcular a porosidade aparente utilizando a equação 4 abaixo:

$$\boldsymbol{PA}(\%) = \frac{\boldsymbol{Pu-Ps}}{\boldsymbol{Pu-Pi}}\ \boldsymbol{x\ 100} \quad (4)$$

Sendo:
PA = porosidade aparente
Pu= peso do corpo de prova úmido (g)
Ps= peso do corpo de prova seco (g)
Pi= peso do corpo de prova imerso em água (g)
Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos-de-prova distintos.

4.8.4 Massa Específica Aparente

A massa específica aparente é uma propriedade importante no processamento da cerâmica e está relacionada à resistência a flexão, absorção de água e retração linear. A massa específica aparente pode ser determinada pela razão da massa do corpo de prova seco pelo volume ou pela razão entre o peso seco e a diferença entre o peso úmido e o peso imerso. Os valores e o procedimento utilizados são os mesmos da absorção de água e porosidade aparente. Os resultados foram obtidos pela média aritmética dos cinco valores em corpos-de-prova distintos. A equação 5 abaixo mostra a equação para se calcular a massa específica aparente.

$$\boldsymbol{MEA}(\boldsymbol{g/cm^3}) = \frac{\boldsymbol{Ps}}{\boldsymbol{Pu-Pi}} \quad (5)$$

Sendo:
MEA = massa específica aparente
Ps = peso do corpo de prova seco (g)
Pu = peso do corpo de prova úmido (g)
Pi = peso do corpo de prova imerso em água (g)

4.8.5 Retração Linear

A retração linear de queima é a variação da dimensão linear do corpo cerâmico, em porcentagem, após a etapa de secagem e queima. Se esta variação tem um valor positivo, então se caracteriza uma retração da dimensão inicialmente considerada, caso contrário, considera-se que o corpo cerâmico sofreu expansão. Os corpos-de-prova são medidos por paquímetro, com resolução de 0,02 mm, e com os valores dos comprimentos calcula-se a retração linear. Os resultados foram obtidos pela média aritmética de cinco valores em corpos de prova distintos. Para o cálculo dos valores de retração linear, foi utilizada a equação 6 abaixo:

$$\boldsymbol{RL}(\%) = \frac{\boldsymbol{Cs - Cq}}{\boldsymbol{Cs}} \; \boldsymbol{x\,100} \qquad (6)$$

Sendo:

RL = retração linear de queima

Cs= comprimento do corpo de prova após secagem (cm)

Cq= comprimento do corpo de prova após queima (cm)

4.8.6 Tensão de Ruptura à Flexão

A tensão de ruptura à flexão refere-se à resistência do material à flexão simples pelo método dos três pontos, segundo o método proposto por VICAT. Para a medida desta propriedade, será utilizada uma máquina de ensaios universal, modelo AG – I 250KN, da Shimadzu, operando a uma velocidade de 0,5 mm/min, a fim de se obter maior precisão dos resultados conforme o método proposto pela norma ASTM D 790/1986. Os corpos-de-prova serão medidos nas três dimensões e ensaiados pela máquina de ensaios universais. Para obtenção dos resultados, foram realizados ensaios em cinco corpos de prova para cada uma das formulações, sendo que o valor final foi dado pela média aritmética desses valores. Os cálculos serão efetuados automaticamente pelo software Trapezium 1.14, da Shimadzu. Determina-se o valor segundo a equação 7 abaixo:

$$\boldsymbol{TRF}\ (\boldsymbol{kgf/cm^2}) = \frac{\boldsymbol{3PL}}{\boldsymbol{2bh^2}} \qquad (7)$$

Sendo:

TRF = tensão de ruptura à flexão

P = carga atingida no momento da ruptura (kgf)

L = distância entre os apoios do corpo de prova

b = largura do corpo de prova (cm)

h = altura do corpo de prova (cm)

Figura 13: Corpo de prova sendo rompido

Fonte: Autora (2021)

4.8.7 Análise macroestrutural

Os corpos de prova queimados foram fotografados e analisados para verificar a superfície quanto á textura, possíveis defeitos e manchas ou quaisquer alterações pertinentes, causados por etapas anteriores ou provenientes da própria etapa de queima (temperatura e ciclo térmico) ou pela proporção dos componentes de cada formulação. Também foi avaliado o efeito estético.

4.8.8 Análise Microestrutural

4.8.8.1 Difração de raios X

A avaliação das mudanças de fases nos corpos de prova queimados é importante porque permite investigar as principais transformações ocorridas durante a queima, verificando que fases cristalinas se formaram ou permaneceram após a queima. Fases estas que são responsáveis pelas características do produto final. A análise foi obtida por difração de raios X, verificando assim as fases cristalinas formadas nos corpos de prova queimados na temperatura de 1200 ºC.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

5.1.1 Análise Granulométrica

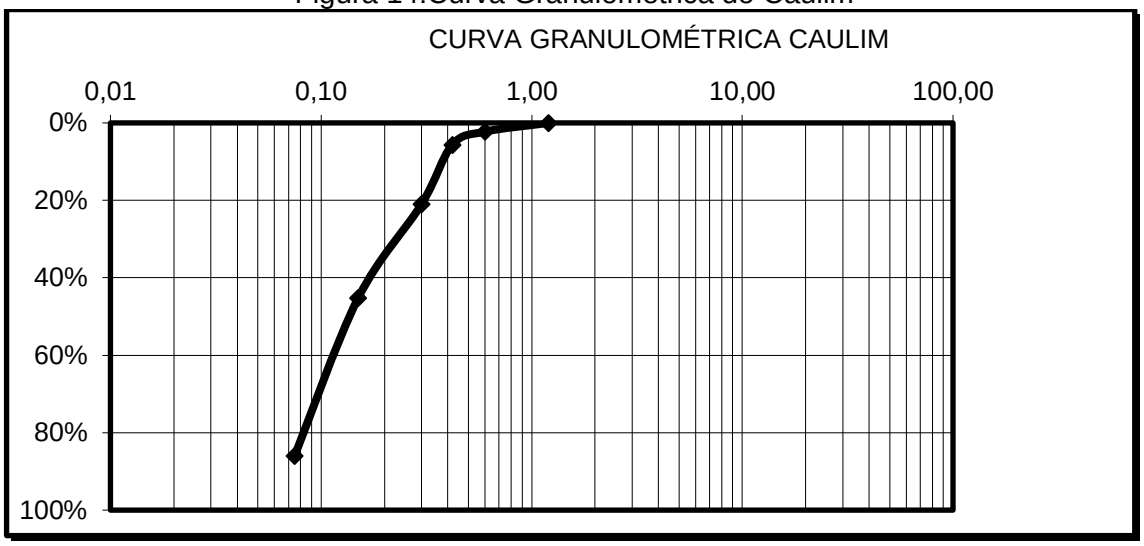
A análise da distribuição granulométrica das quatro matérias-primas utilizadas, revela um elevado número de finos, que proporciona um bom empacotamento na etapa de prensagem. Este resultado é devido ao eficaz processo de moagem, possibilitando uma maior interação entre as partículas e possivelmente uma menor temperatura durante a sinterização.

Tabela 5: Distribuição Granulométrica das matérias-primas

Peneiras da ABNT	Abertura (mm)	Caulim retido (%)	Calcário retido (%)	Quartzo retido (%)	Argila retida (%)
16	1,20	0,01	2,06	0,14	0,20
30	0,60	2,25	22,62	2,66	2,12
40	0,42	3,40	4,52	0,57	3,63
50	0,30	15,32	7,65	0,75	5,46
100	0,15	24,23	10,14	24,20	2,77
200	0,075	40,72	6,01	68,15	1,64
Fundo		14,07	47,00	3,53	84,18
Total		100	100	100	100

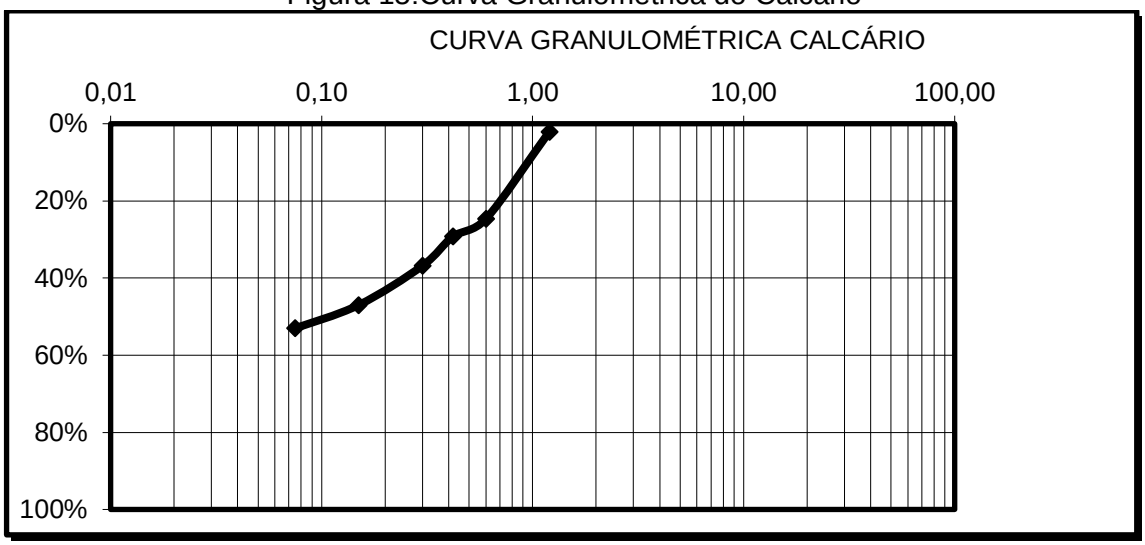
Fonte: Autora (2021)

Figura 14:Curva Granulométrica do Caulim



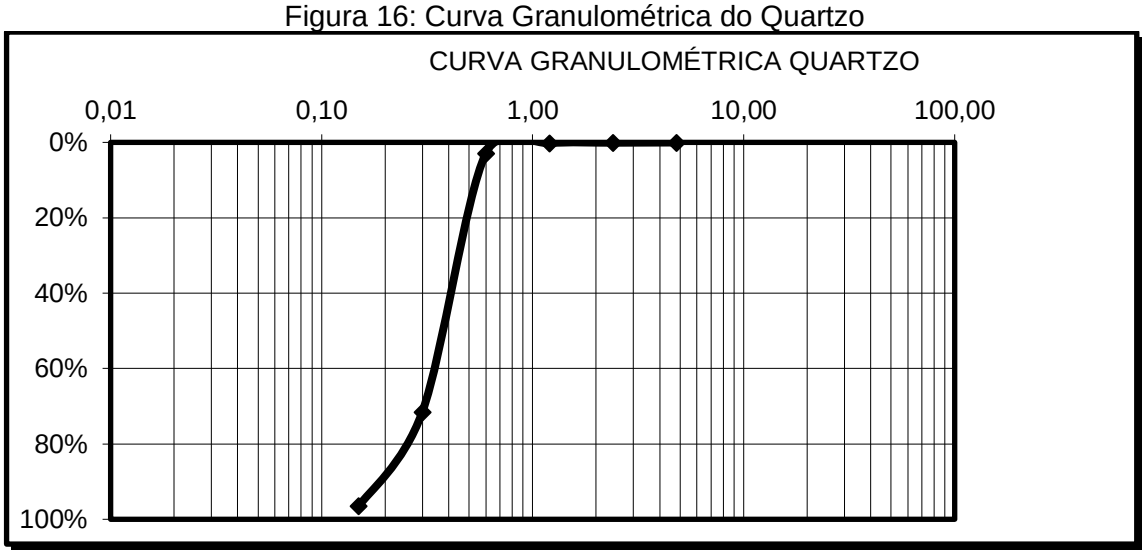
Fonte: Autora (2021)

Figura 15:Curva Granulométrica do Calcário



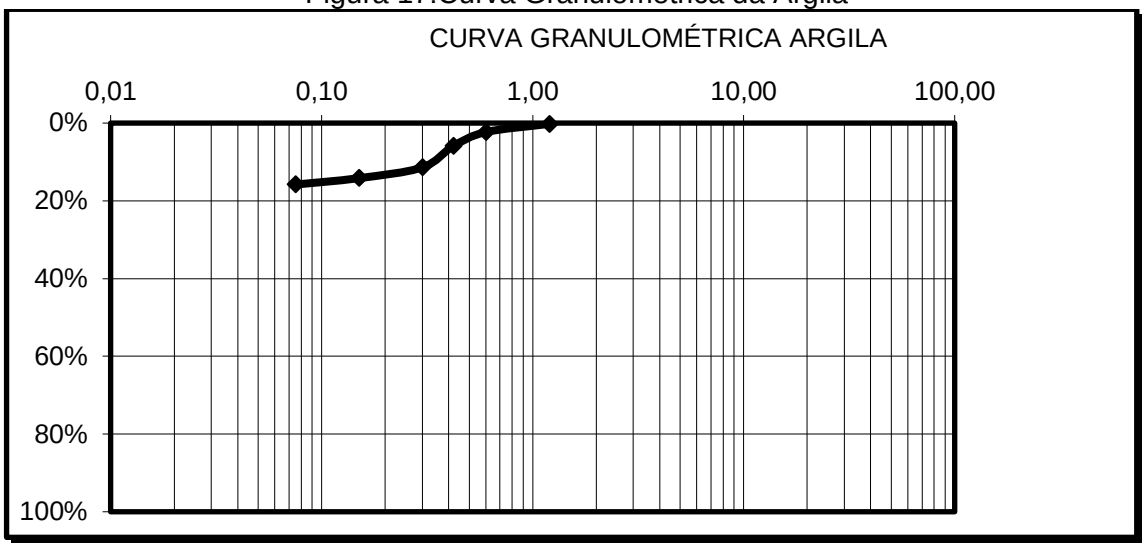
Fonte: Autora (2021)

Figura 16: Curva Granulométrica do Quartzo



Fonte: Autora (2021)

Figura 17:Curva Granulométrica da Argila



Fonte: Autora (2021)

5.1.2 Limite de liquidez e plasticidade

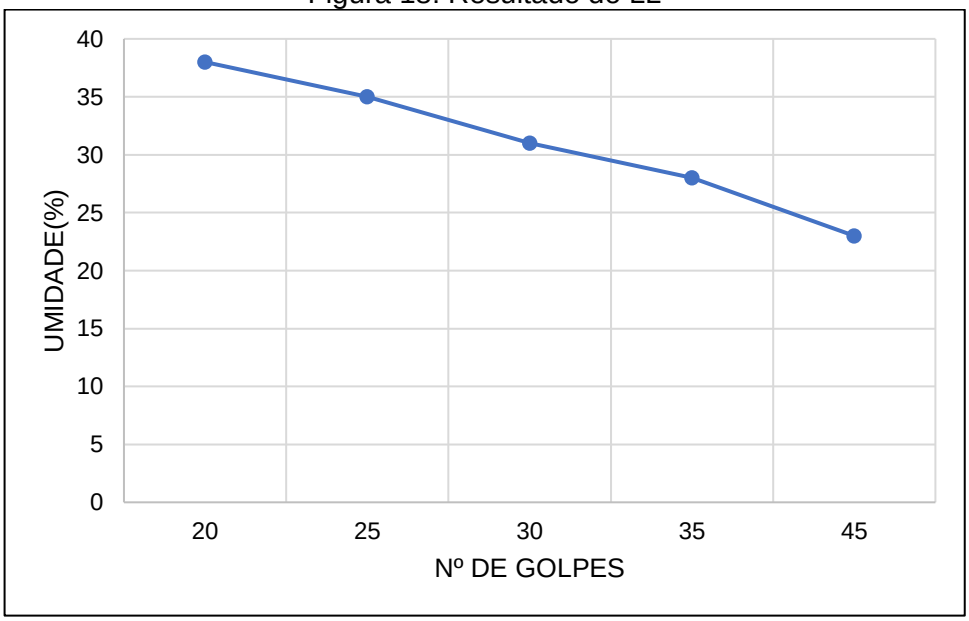
O limite de liquidez da argila, apresentou um valor de 35% aos 25 golpes. O limite de plasticidade verificado no ensaio foi de 21,2%, resultando em um índice de plasticidade de 13,9. De acordo com os intervalos de classificação de argilas de Caputo (1988), a argila estudada é classificada como medianamente plástica, caráter intimamente ligado a granulometria fina do material e a presença de matéria orgânica. Esta característica é ideal para a fabricação de revestimentos cerâmicos, pois proporciona também uma menor retração linear, facilita o processo de secagem e a liberação de gases indesejados durante a sinterização. Por outro lado, argilas muito plásticas apresentam dificuldade na secagem podendo ocorrer trincas de secagem, podendo facilitar a presença de coração negro nas peças.

Tabela 6: Limite de Plasticidade da argila

LIMITE DE PLASTICIDADE								
Cápsula	N.º	01	02	03	04	05	**LL**	**35,1%**
Peso Bruto Úmido	g	8,33	8,16	8,74	8,72	8,89		
Peso Bruto Seco	g	8,17	8,02	8,55	8,55	8,72	**LP**	**21,2%**
Peso da Cápsula	g	7,43	7,33	7,67	7,74	7,93		
Peso da Água	g	0,16	0,14	0,19	0,17	0,17	**IP**	**13,9%**
Peso do Solo Seco	g	0,74	0,69	0,88	0,81	0,79		
Umidade	%	21,6	20,3	21,6	21,0	21,5		

Fonte: Autora (2021)

Figura 18: Resultado do LL



Fonte: Autora (2021)

5.1.3 Análise Química

A Tabela 7 apresenta a composição química, das matérias-primas em estudo.

Tabela 7: Composição química das matérias-primas

Amostra	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	SrO	K_2O	TiO_2	MgO
Caulim	62,60	36,01	0,26	0,22	-	0,23	0,58	-
Calcário	1,79	0,80	1,28	92,94	0,57	0,26	0,10	2,10
Quartzo	91,75	5,62	0,71	0,48	-	1,07	0,36	-
Argila	61,43	32,04	2,23	0,38	-	2,10	1,73	-

Fonte: Autora (2021)

O caulim contém SiO_2 e $Al2O_3$ como principais constituintes, possui uma cor creme claro, provavelmente devido à presença do óxido de ferro (Fe_2O_3). Este material é utilizado para, além de conferir brancura à massa cerâmica, é um aportador fundamental do óxido de alumínio (Al_2O_3) que durante a fase de vitrificação da massa cerâmica torna-se um regulador do equilíbrio das reações, contribuindo de forma significativa na formação da mulita ($3Al_2O_3SiO_2$). O caulim apresentou uma concentração baixa de óxido de potássio (K_2O) que são associados à argilominerais fundentes. Este óxido é fundamental para cerâmicas de baixa porosidade (vitrificadas), pois atua como formador de grande quantidade de fase líquida acima de 1000°C e forma eutéticos em temperaturas mais baixas.

O calcário apresentou um constituinte majoritário essencialmente por CaO, que o caracteriza como carbonato de cálcio e uma fração de MgO, o que justifica a presença de dolomita em menor quantidade. Isto foi confirmado pelo difratograma de raios X, além de óxidos de silício, ferro, alumínio, entre outros, conforme mostra a tabela 3 acima. O CaO é um óxido alcalino fundente, que atua promovendo a formação de fase líquida viscosa em temperaturas mais baixas, e diminuindo os poros das peças.

O quartzo possui uma cor clara provavelmente devido à grande concentração do óxido de silício (SiO_2) em contrapartida apresentou uma baixa concentração de óxido de alumínio (Al_2O_3). A areia de quartzo é utilizada para manter a estrutura na massa quando, por efeito do aumento da temperatura, os outros componentes se fundem. Além disso, é um importante regulador da relação entre sílica e alumina para a formação da mulita, fase que aumenta a resistência das peças.

A argila apresenta grande concentração de SiO_2. Este óxido é o principal agente vitrificante e compõe as principais fases cristalinas após a queima. A sílica livre melhora a estabilidade dimensional das peças cerâmicas e facilita o processo de liberação de gases durante a sinterização dos corpos cerâmicos.

Esta argila apresentou também uma considerável concentração de óxido de alumínio (Al_2O_3), que é um agente formador da fase vítrea quando combinado com os agentes fundentes, ajuda a aumentar a perda ao fogo da massa cerâmica e no final da queima faz parte da estrutura cristalina, como o espinélio e a mulita. A presença desses óxidos juntos é responsável pela refratariedade da argila.

5.1.4 Análise mineralógica

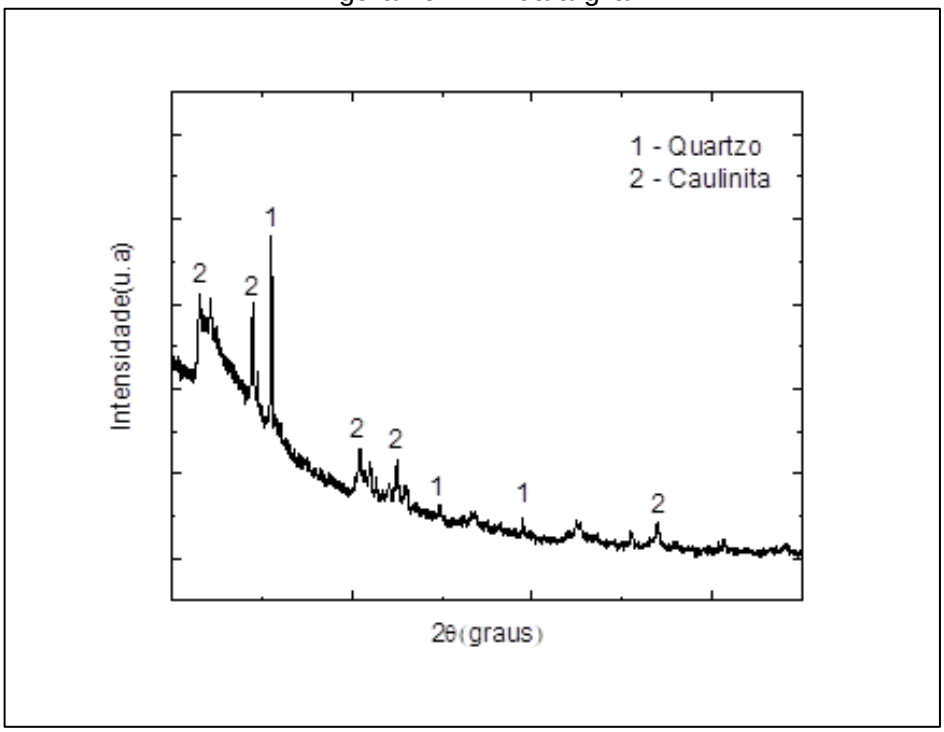
As fases cristalinas identificadas por difração de raios X da argila, foram referentes à caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) e quartzo (SiO_2). Tanto a caulinita quanto o quartzo possuem comportamento refratário na massa cerâmica. Os picos apresentados no difratograma estão coerentes com a análise química apresentada, destacando-se pela presença majoritária dos óxidos de silício e alumínio.

No caulim foram identificadas as fases referentes ao quartzo e caulinita. As fases presentes estão coerentes com o resultado da composição química do caulim. O quartzo também desempenha um importante papel na estrutura do corpo cerâmico, seja na formação de fase vítrea como evitar empenamentos na peça durante o processo de queima.

Na areia estudada foram identificados picos referentes ao quartzo, como já era esperado. O quartzo ajuda na diminuição da retração do corpo de prova, já que durante a formação de fase líquida se comporta como “esqueleto” da peça. As fases presentes estão coerentes com o resultado da composição química apresentada.

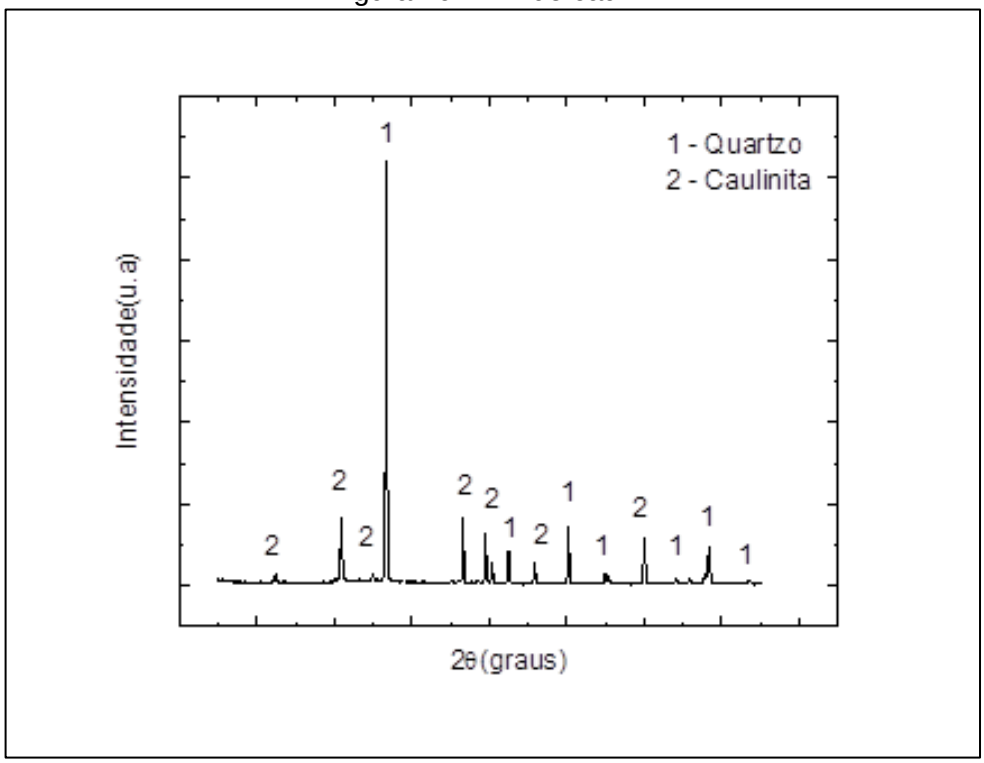
No calcário, foram detectados picos referentes à calcita ($CaCO_3$), majoritariamente, e quartzo, em pequena quantidade. As fases presentes estão coerentes com o resultado da composição química do calcário, demonstrando que o material apresenta elevado percentual de pureza. A calcita, após sua descarbonização, fornece o óxido de cálcio, um fundente moderado que é importante nos ganhos energéticos durante a fabricação de revestimentos cerâmicos.

Figura 19:DRX da argila



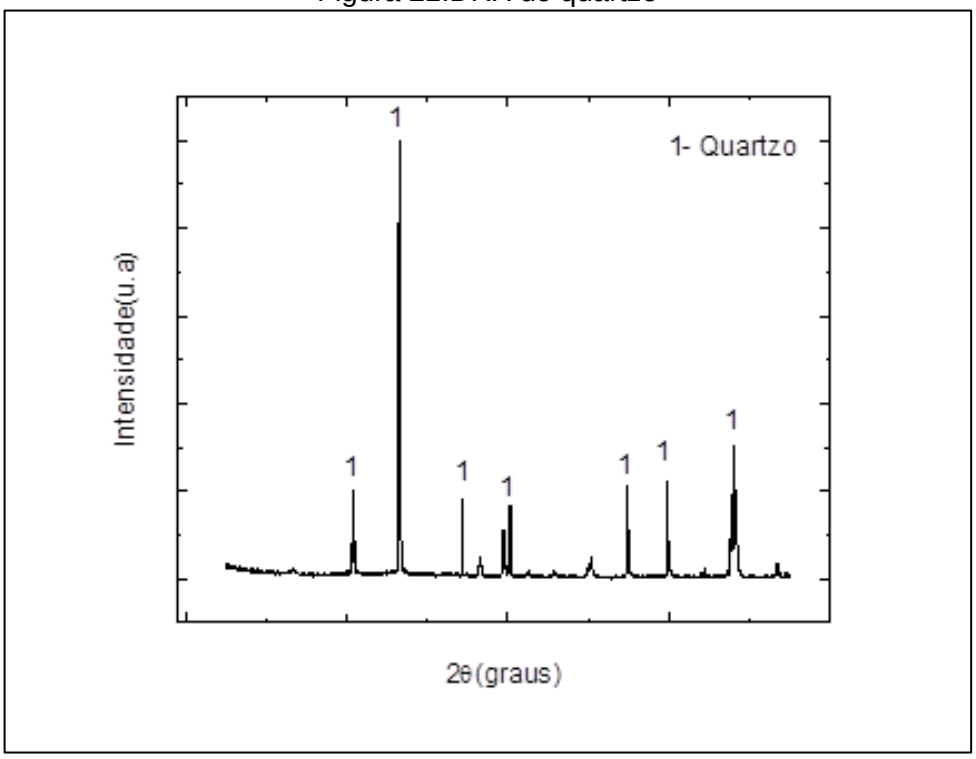
Fonte: Autora (2021)

Figura 20:DRX do caulim



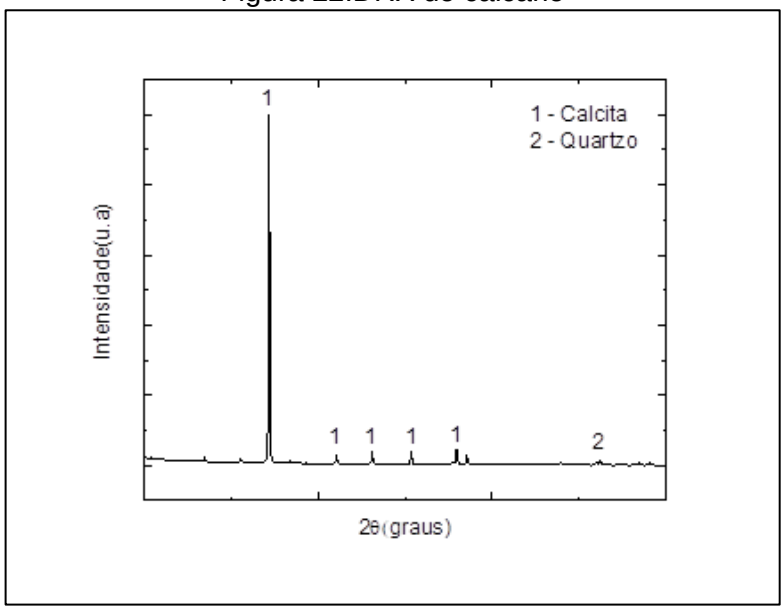
Fonte: Autora (2021)

Figura 21:DRX do quartzo



Fonte: Autora (2021)

Figura 22:DRX do calcário



Fonte: Autora (2021)

5.1.5 Análise racional

Os valores obtidos na análise racional mostram que a caulinita é a fase majoritária na argila estudada com 85,3%, seguida de quartzo com 14,7%. Essa quantidade expressiva de caulinita demonstra o grande caráter refratário desta argila, impactando assim positivamente nas propriedades tecnológicas dos corpos de prova queimados em temperaturas mais elevadas. O caulim mostrou que a fase majoritária é a caulinita, com 82,8%, seguida de quartzo com 17,2%.

O quartzo apresentou um teor de pureza de 91,8%. O calcário também apresentou um elevado percentual de pureza, com 98,2% composto por calcita, seguido de 1,8% de quartzo. Este percentual mostra que as formulações com adição de calcário terão grande quantidade de CaO, após a descarbonização da calcita durante a queima. Este óxido, por ser fundente, promove maior densificação das peças e possibilita a obtenção de melhores propriedades mecânicas.

Tabela 8: Concentração das fases cristalinas (%)

Amostra	Quartzo	Caulinita	Calcita
Caulim	17,2	82,8	-
Calcário	1,8	-	98,2
Quartzo	91,8	-	-
Argila	14,7	85,3	-

Fonte: Autora (2021)

5.1.6 Análise térmica

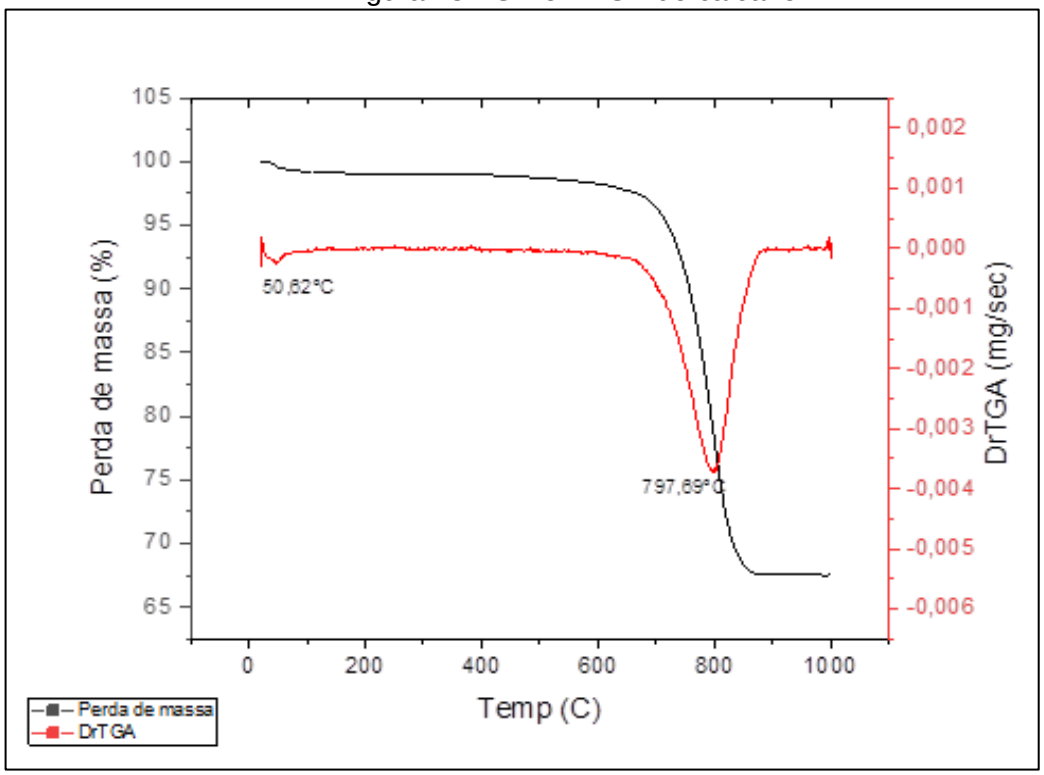
Na curva termogravimétrica do calcário, a perda de massa total foi de 32,02%, principalmente devido à saída de CO_2, decorrente da decomposição do mineral calcítico. A liberação de gás carbônico resultante desta descarbonização é representada na curva DTGA pelo pico endotérmico em 797,69ºC.

Na curva termogravimétrica da argila, a perda de massa total foi de 2,3%. Pode-se observar a ocorrência de dois eventos característicos das argilas cauliníticas, onde o primeiro evento ocorre com um pico a 42,58°C com uma perda de massa de 0,3%, que é a caracterização do início da liberação de água livre e no segundo evento mostra a liberação de hidroxila da estrutura dos argilominerais a 561,58ºC com uma perda de massa de 2,0%

Na curva termogravimétrica do caulim, é possível observar a ocorrência de dois eventos na análise térmica do caulim o primeiro evento caracteriza a liberação de água livre a 41,01ºC com uma perda de massa de 0,56%, o segundo evento mostra a liberação de hidroxila da estrutura dos argilominerais a 549,19ºC com uma perda de massa de 0,44% caracterizando a transformação de caulinita em metacaulinita, conforme se observa na literatura, para a faixa de temperatura entre 500°C e 700°C. No ensaio térmico constatou uma perda total de massa de 1,01%.

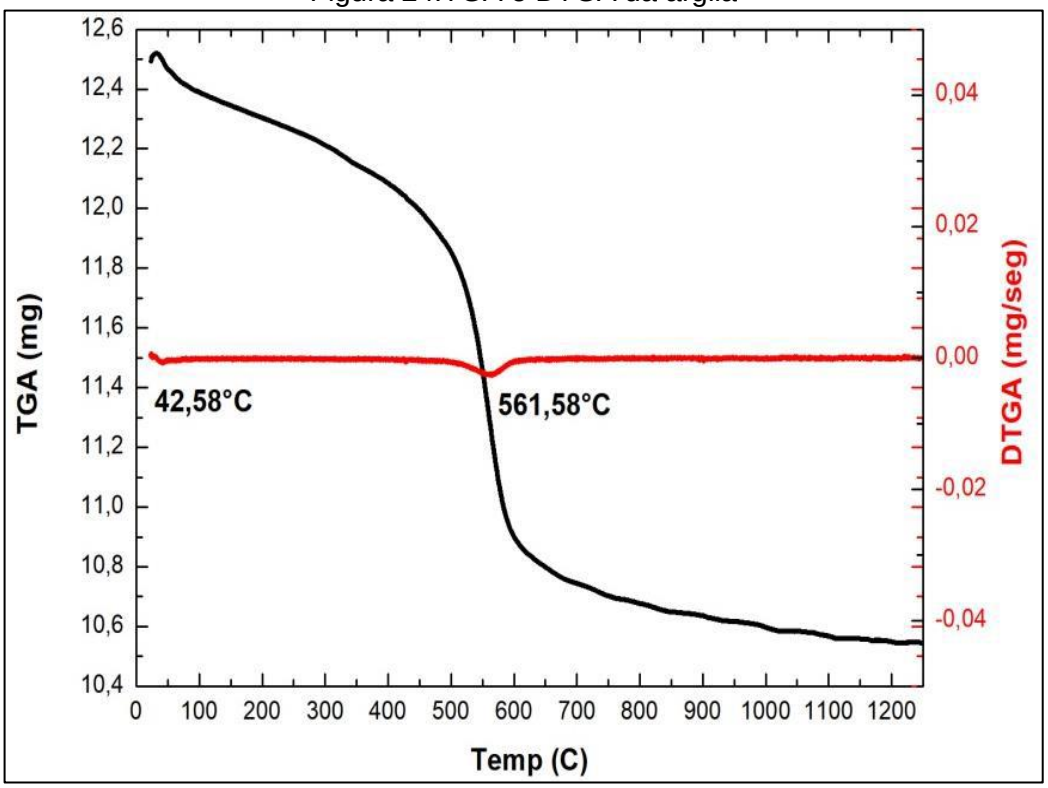
As análises térmicas da areia confirmam a presença de alguns picos característicos como previsto. Por se tratar de areia de quartzo, o primeiro evento caracteriza a liberação de água livre a 39,93ºC com uma perda de massa de 0,2%, na temperatura em torno de 570°C com uma perda de massa de 0,3% este pico está relacionado com a transformação alotrópica do quartzo-α para o quartzo-β, já em torno de 850°C com uma perda de massa de 0,04%, ocorre a transformação da caulinita em metacaulinita, cristalizando assim o quartzo. A perda de massa total apresentada no ensaio foi em torno de 0,54%.

Figura 23:TGA e DTGA do calcário



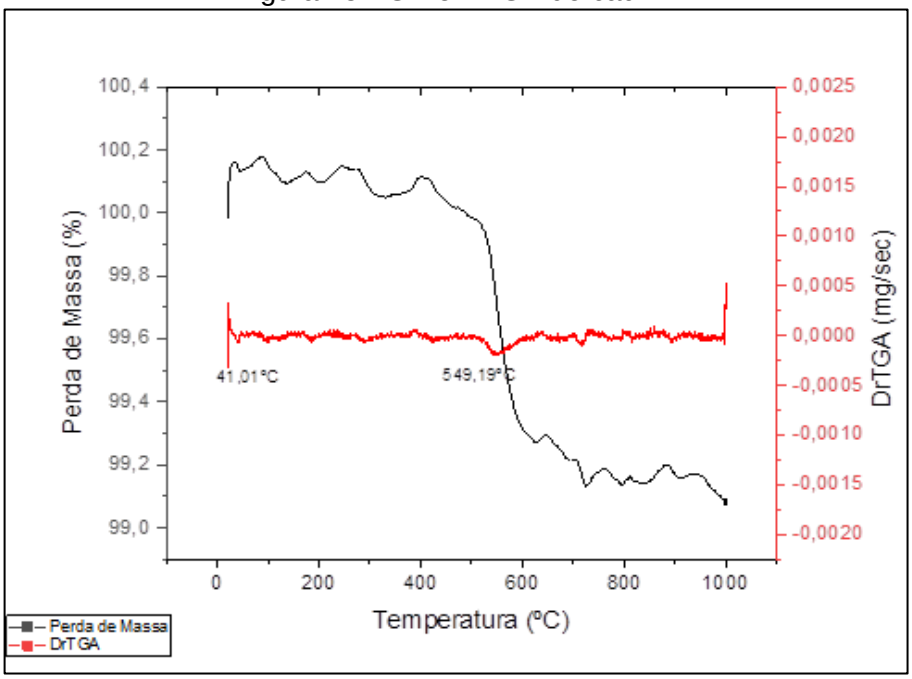
Fonte: Autora (2021)

Figura 24:TGA e DTGA da argila



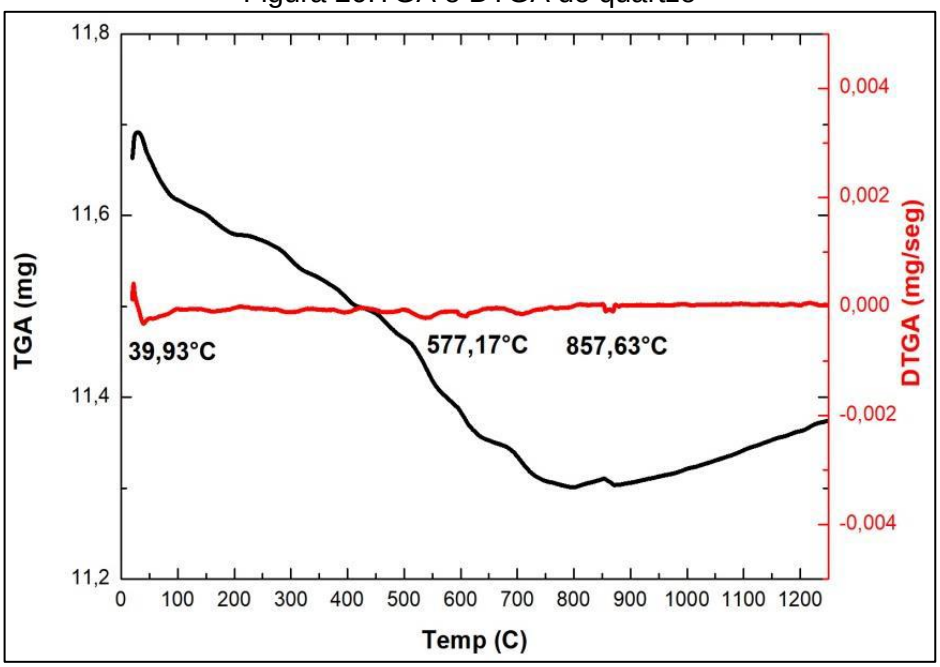
Fonte: Autora (2021)

Figura 25:TGA e DTGA do caulim



Fonte: Autora (2021)

Figura 26:TGA e DTGA do quartzo



Fonte: Autora (2021)

5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA QUEIMADOS

Nos itens seguintes estão os resultados das análises físicas realizadas em cada formulação estudada, tais como: perda ao fogo (PF), retração linear de queima (RLQ), porosidade aparente (PA), massa especifica aparente (MEA), absorção de água (AA), módulo de ruptura á flexão (MRF). Todas as massas foram queimadas em três

temperaturas diferentes: 1000°C, 1100°C e 1200°C e os resultados abaixo são a média de cinco corpos de prova por cada formulação em cada temperatura de sinterização e foi calculada a média e o desvio padrão.

Estas propriedades são importantes para se acompanhar o comportamento de densificação dos corpos cerâmicos. Foram realizadas também a difração de raios X (DRX) de queima. Nas figuras 27 e 28 são apresentadas as matérias-primas utilizadas neste experimento e formulações da massa cerâmica. A figura 29 e 30 respectivamente, mostra o aspecto final dos corpos de prova após a prensagem uniaxial já secos e o aspecto final dos corpos de prova após a etapa de queima.

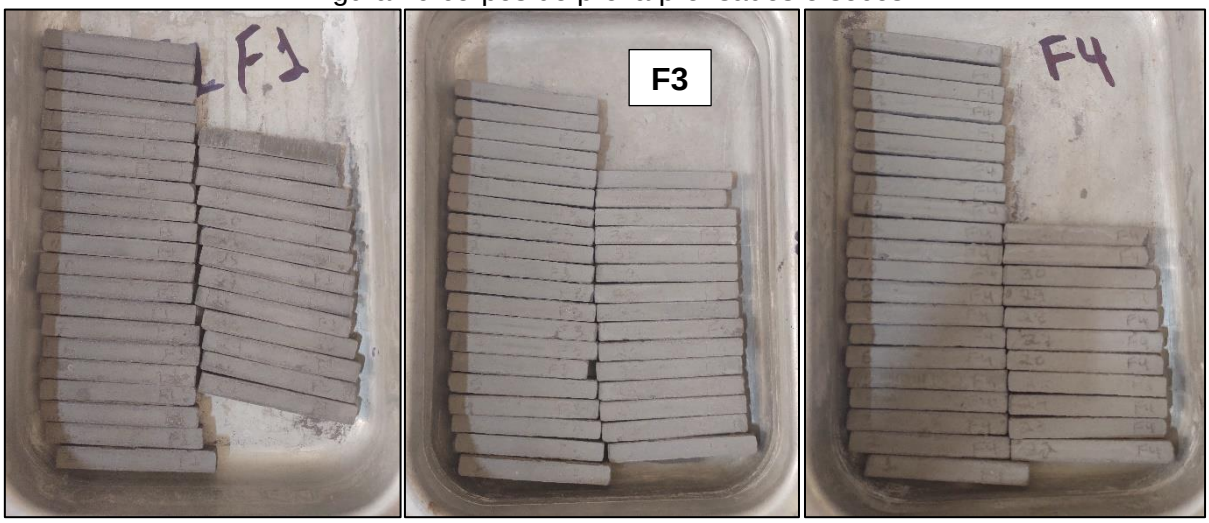
Figura 27:matérias-primas utilizadas

Fonte: Autora (2021)

Figura 28:preparação das formulações

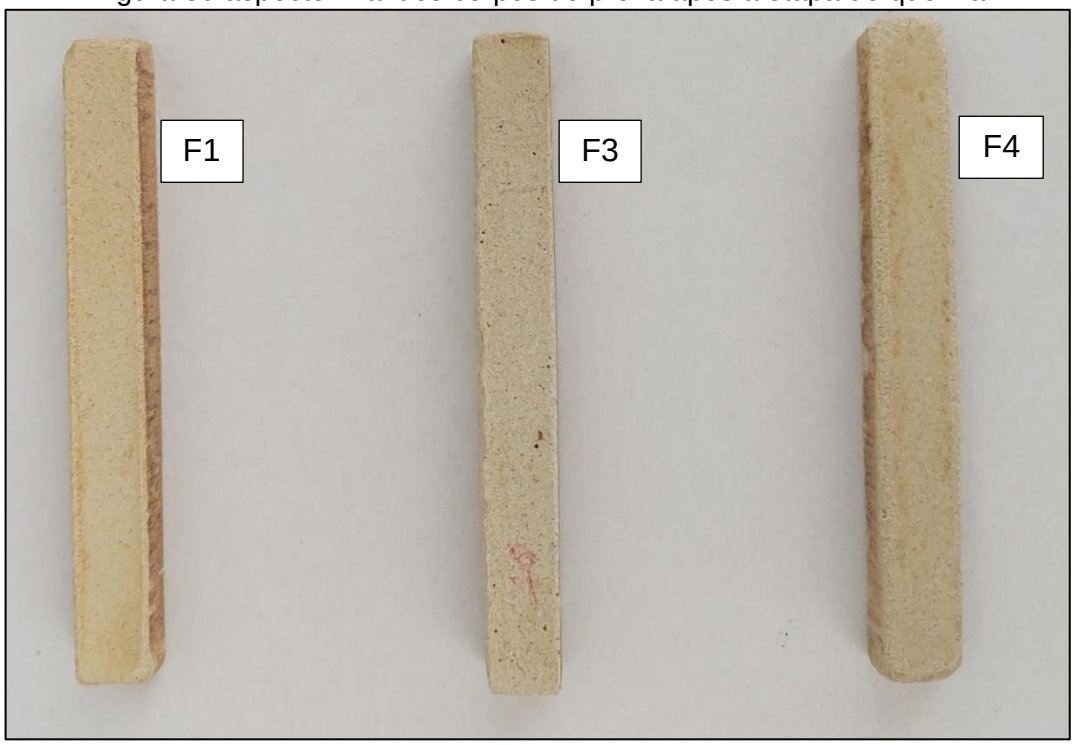
Fonte: Autora (2021)

Figura 29:corpos de prova prensados e secos



Fonte: Autora (2021)

Figura 30:aspecto final dos corpos de prova após a etapa de queima



Fonte: Autora (2021)

5.2.1 Retração Linear de queima

As tabelas 09, 10, 11 e a figura 28 apresentam os resultados da retração linear de queima das massas em cada temperatura:

Tabela 9: Retração linear de queima - Formulação 1

Composição da formulação 1	Temperatura (ºC)	Retração Linear (%)	Desvio Padrão
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	1,35	0,29
	1100°C	2,32	0,64
	1200°C	3,41	0,74

Fonte: Autora (2021)

Tabela 10: Retração linear de queima - Formulação 3

Composição da formulação 3	Temperatura (ºC)	Retração Linear (%)	Desvio Padrão
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	1,60	0,42
	1100°C	2,55	0,44
	1200°C	3,61	0,51

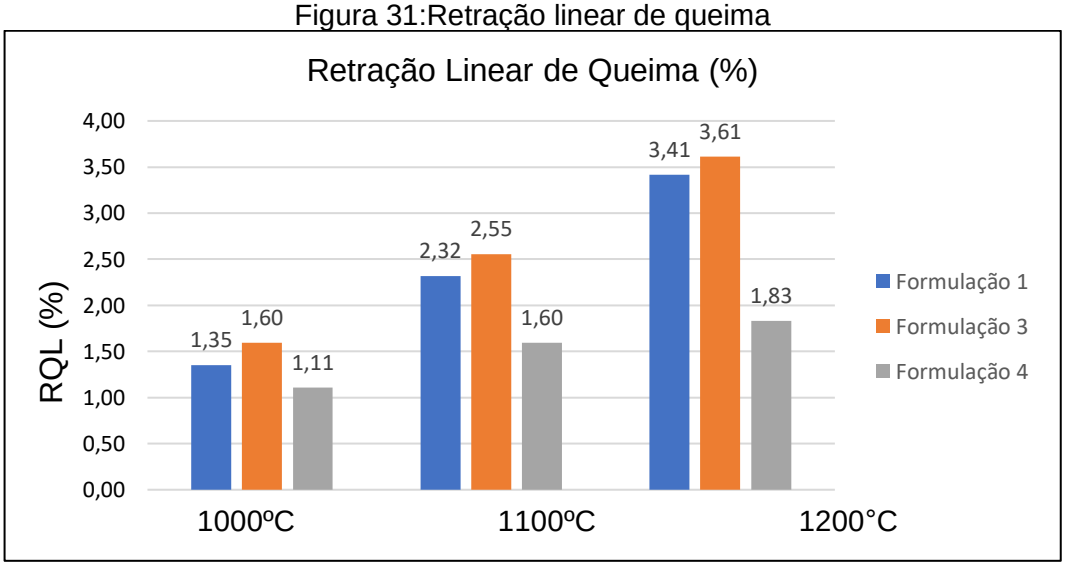
Fonte: Autora (2021)

Tabela 11: Retração linear de queima - Formulação 4

Composição da formulação 4	Temperatura (ºC)	Retração Linear (%)	Desvio Padrão
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	1,11	0,14
	1100°C	1,60	0,30
	1200°C	1,83	0,42

Fonte: Autora (2021)

Figura 31:Retração linear de queima



Fonte: Autora (2021)

Observa-se um aumento progressivo nos valores das retrações lineares à medida que se aumenta a temperatura de queima. Esse comportamento pode ser atribuído à maior perda de massa das composições devido à decomposição da caulinita. Além disso, os óxidos de cálcio presentes nas formulações interferem na formação de fase líquida, responsável pela densificação e consequente retração da peça cerâmica. Todas as formulações obtiveram uma boa estabilidade dimensional devido a presença do calcário, a formulação F4 obteve a menor retração linear devido a maior composição de calcário. A estabilidade dimensional promovida pelos carbonatos está ligada ao CaO. Este reage com os demais componentes da massa formando silicatos e aluminossilicatos de cálcio que sofrem expansão por apresentarem densidades menores que as fases originais.

É possível observar também que na formulação F1 e F3 houve um significante aumento na retração a partir de 1000°C, o que evidencia o início do processo de fusão, já a formulação F4 seguiu um aumento na retração mais ponderada, mostrando um processo de sinterização ocorreu predominantemente por aproximação de partículas e menor formação de fase líquida.

5.2.2 Perda ao Fogo

As tabelas 12, 13, 14 e a figura 29 apresentam os resultados da perda ao fogo das massas em cada temperatura:

Tabela 12: Perda ao fogo - Formulação 1

Composição da formulação 1	**Temperatura (ºC)**	**Perda ao fogo (%)**	**Desvio Padrão**
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	13,91	0,16
	1100°C	15,45	0,35
	1200°C	12,04	0,09

Fonte: Autora (2021)

Tabela 13: Perda ao fogo - Formulação 3

Composição da formulação 3	**Temperatura (ºC)**	**Perda ao fogo (%)**	**Desvio Padrão**
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	15,33	0,27
	1100°C	17,18	0,39
	1200°C	14,68	0,60

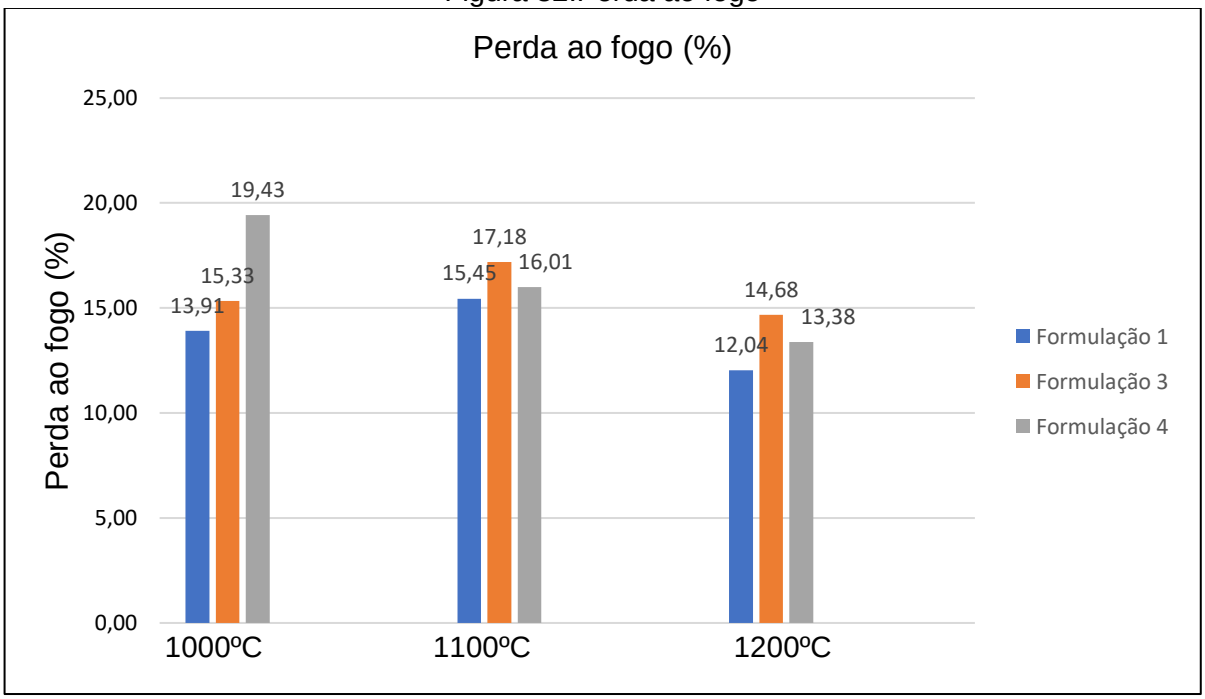
Fonte: Autora (2021)

Tabela 14: Perda ao fogo - Formulação 4

Composição da formulação 4	Temperatura (ºC)	Perda ao fogo (%)	Desvio Padrão
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	19,43	0,66
	1100°C	16,01	1,59
	1200°C	13,38	0,40

Fonte: Autora (2021)

Figura 32:Perda ao fogo



Fonte: Autora (2021)

É possível perceber que em todas as formulações obteve-se um elevado percentual de perda ao fogo nas três temperaturas de queima. Este comportamento é característico das argilas cauliníticas, que possuem uma composição química com menor teor de fundentes que outros tipos de argila. Com o aumento do percentual de carbonatos nas formulações, resultante da adição de calcário, ocorre um aumento acentuado e progressivo da perda ao fogo. Isto é explicado pelo comportamento térmico do calcário, mostrado anteriormente na curva termogravimétrica do material.

Este aumento da perda ao fogo nas massas já era esperado, pois tanto as composições com maior concentração de argila caulinítica como a formulação com maior concentração de calcário se verifica essa maior perda ao fogo, devido a maior quantidade de gás carbônico que sai com a sua decomposição durante a queima.

Uma massa com maior perda ao fogo se exige uma queima cuidadosa devido a eliminação de gases e vapor de água.

5.2.3 Absorção de água

As tabelas 15, 16, 17 e a figura 29 apresentam os resultados da absorção de água das massas em cada temperatura:

Tabela 15: Absorção de água - Formulação 1

Composição da formulação 1	**Temperatura (ºC)**	**Absorção de água (%)**	**Desvio Padrão**
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	10,20	0,41
	1100°C	9,59	0,16
	1200°C	8,20	0,29

Fonte: Autora (2021)

Tabela 16: Absorção de água - Formulação 3

Composição da formulação 3	**Temperatura (ºC)**	**Absorção de água (%)**	**Desvio Padrão**
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	9,97	0,43
	1100°C	9,10	0,44
	1200°C	7,03	0,56

Tabela 17: Absorção de água - Formulação 4

Composição da formulação 4	**Temperatura (ºC)**	**Absorção de água (%)**	**Desvio Padrão**
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	10,32	0,19
	1100°C	8,59	0,36
	1200°C	8,36	0,48

Fonte: Autora (2021)

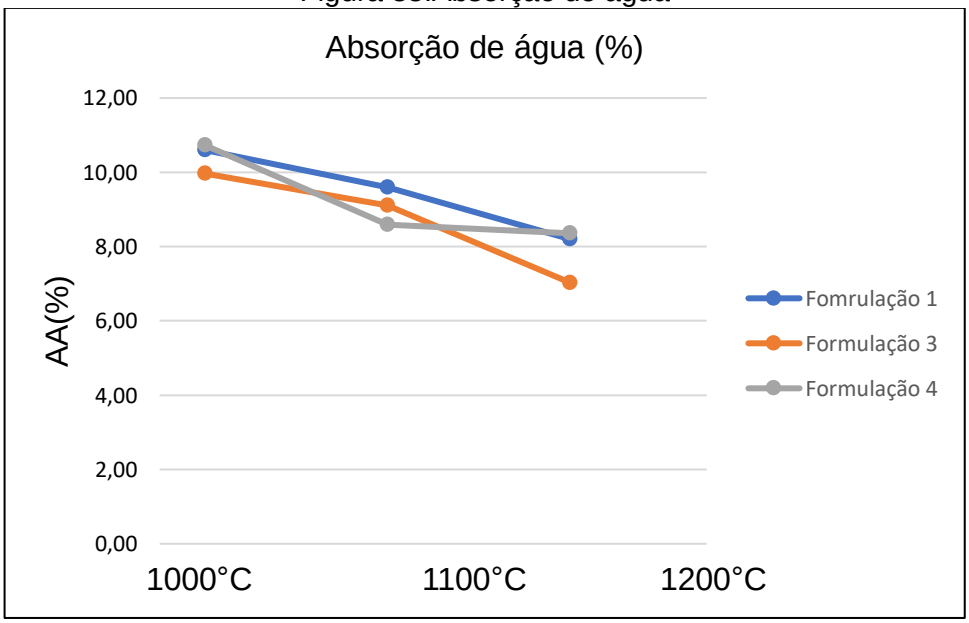
A absorção de água diminui continuamente com o aumento da temperatura até 1200°C. O resultado apresentado para absorção de água confirma os resultados quanto a retração linear, ou seja, nas situações em que a retração linear é maior ocorre um menor percentual da absorção de água devido o maior fechamento dos

poros. Os resultados da absorção de água corroboram as análises químicas e mineralógicas. Estes resultados mostram que a composição da massa é formada basicamente por agentes fundentes, com o aumento da temperatura pode se observar uma diminuição na taxa de absorção de água em todas as formulações, fato este, que corrobora os resultados das retrações lineares de queima sofrido em todas as composições, especialmente em relação a formulação 3 onde ocorreu a maior retração linear de queima e consequentemente obteve-se a menor absorção de água para mesma temperatura.

Na formulação com maior teor de carbonato, verificou-se também que com aumento da temperatura ocorreram uma redução da AA. Este comportamento está relacionado com a maior quantidade de CO2 que sai dos corpos de prova com maior teor de carbonatos, evidenciando assim, o efeito de retardamento da densificação que os carbonatos proporcionam a massa. Os óxidos de cálcio oriundos dos carbonatos, só contribuem de forma mais efetiva na formação de fase líquida de baixa viscosidade em temperatura mais elevada da qual se verifica com os óxidos alcalinos.

Observa-se que as três formulações atingiram, a temperatura de 1100°C e 1200ºC, segundo a ABNT 13817, o índice de absorção de água para revestimento semiporoso (entre 6% e 10%).

Figura 33:Absorção de água



Fonte: Autora (2021)

5.2.4 Porosidade aparente

As tabelas 18, 19, 20 e a figura 30 apresentam os resultados da porosidade aparente das massas em cada temperatura:

Tabela 18: Porosidade aparente - Formulação 1

Composição da formulação 1	**Temperatura (ºC)**	**Porosidade aparente (%)**	**Desvio Padrão**
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	23,31	0,31
	1100°C	17,94	0,66
	1200°C	14,27	0,79

Fonte: Autora (2021)

Tabela 19: Porosidade aparente - Formulação 3

Composição da formulação 3	**Temperatura (ºC)**	**Porosidade aparente (%)**	**Desvio Padrão**
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	19,33	0,53
	1100°C	15,01	0,24
	1200°C	10,95	0,47

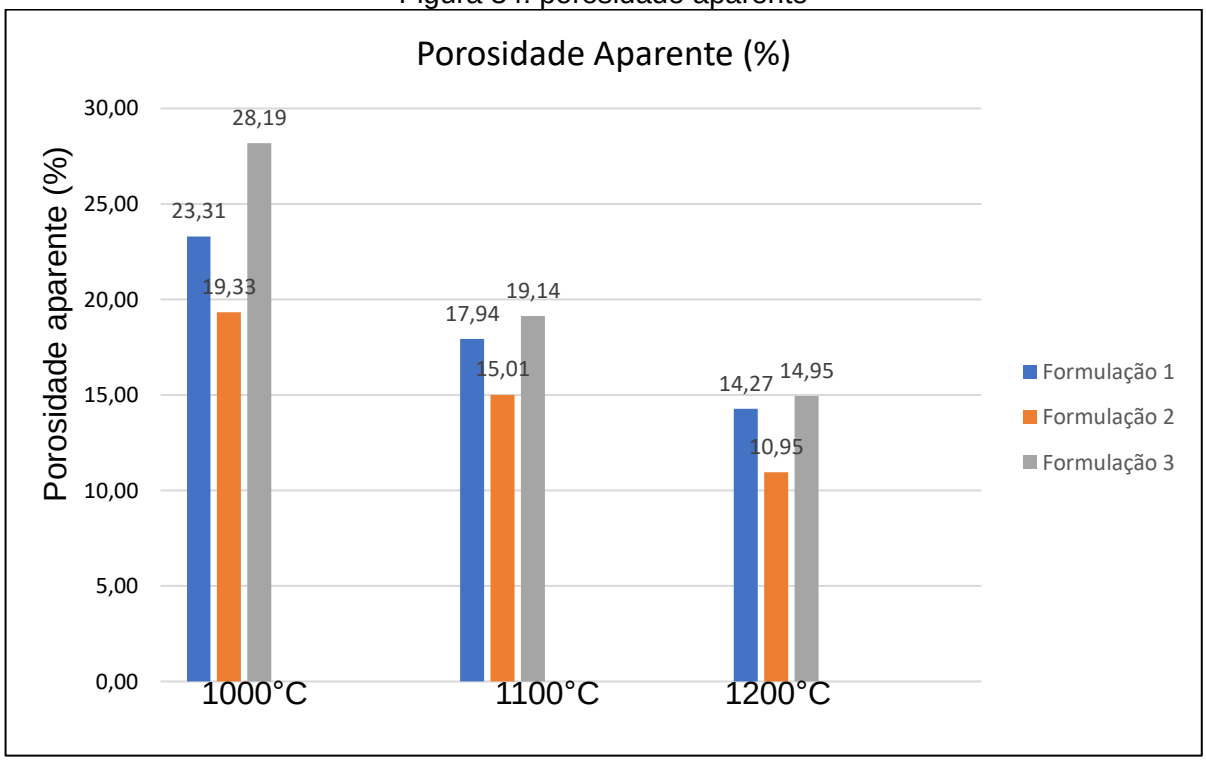
Fonte: Autora (2021)

Tabela 20: Porosidade aparente - Formulação 4

Composição da formulação 4	**Temperatura (ºC)**	**Porosidade aparente (%)**	**Desvio Padrão**
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	28,19	0,26
	1100°C	19,14	0,78
	1200°C	14,95	0,42

Fonte: Autora (2021)

Figura 34: porosidade aparente



Fonte: Autora (2021)

Analisando os resultados, observou-se que a porosidade aparente dos corpos de prova das três formulações sofreu um decréscimo nas três temperaturas de queima corroborando com os da AA, percebe-se que ocorreu uma rápida eliminação dos espaços vazios através da formação de fase líquida, resultante da sinterização da argila refratária a uma temperatura mais elevada.

Na formulação com maior concentração de calcário percebe- se que ocorre uma redução percentual da porosidade, este comportamento é explicado pelo aprisionamento de parte dos gases resultantes da descarbonização da calcita, ocasionado pela maior vitrificação superficial gerada pela maior concentração de óxidos de cálcio nas peças. Durante a queima, os óxidos alcalinos fundente promovem a formação de fase líquida de baixa viscosidade em temperatura mais baixa. Este líquido tende a preencher os espaços vazios entre o material inerte do corpo de prova, reduzindo a porosidade do corpo cerâmico. A porosidade tem influência direta na resistência mecânica das peças sinterizadas, sendo assim quanto menor o percentual de poros mais resistente será o corpo.

5.2.5 Massa Específica Aparente

As tabelas 21, 22, 23 e a figura 31 apresentam os resultados da massa específica aparente das massas em cada temperatura:

Tabela 21: Massa específica aparente - Formulação 1

Composição da formulação 1	Temperatura (ºC)	Massa específica aparente (%)	Desvio Padrão
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	1,40	0,04
	1100°C	1,45	0,04
	1200°C	1,70	0,03

Fonte: Autora (2021)

Tabela 22: Massa específica aparente - Formulação 3

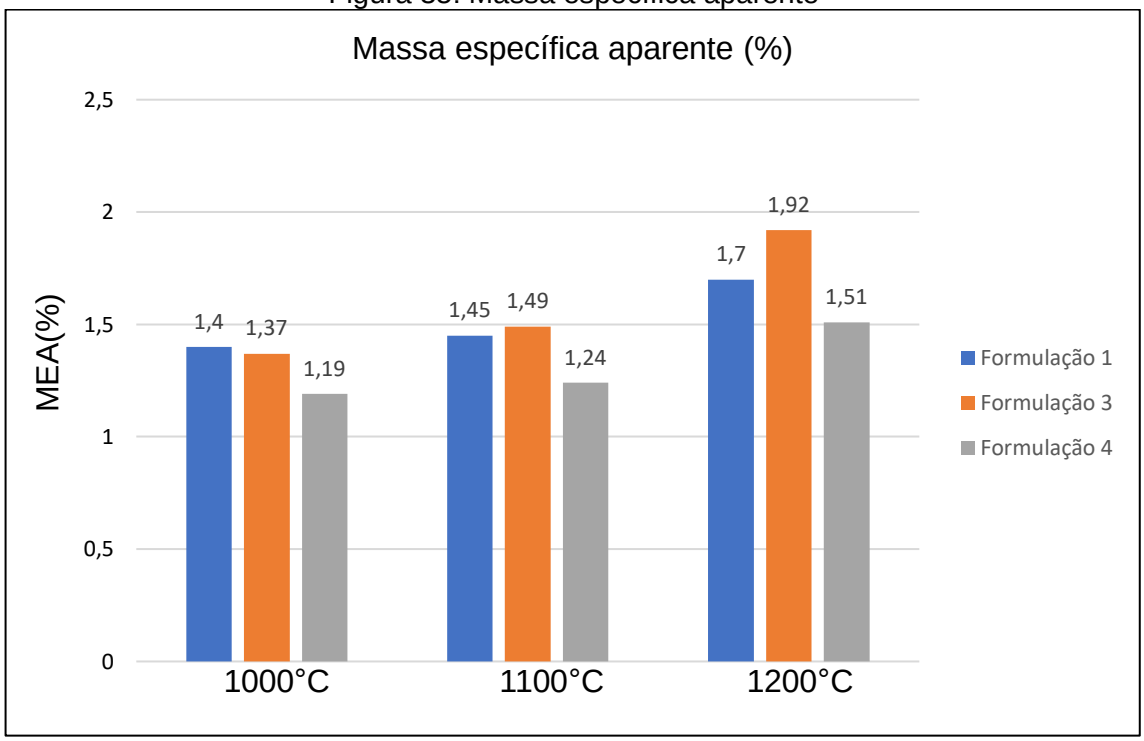
Composição da formulação 3	Temperatura (ºC)	Massa específica aparente (%)	Desvio Padrão
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	1,37	0,06
	1100°C	1,49	0,06
	1200°C	1,92	0,05

Fonte: Autora (2021)

Tabela 23: Massa específica aparente - Formulação 4

Composição da formulação 4	Temperatura (ºC)	Massa específica aparente (%)	Desvio Padrão
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	1,19	0,02
	1100°C	1,24	0,02
	1200°C	1,51	0,01

Figura 35: Massa específica aparente



Fonte: Autora (2021)

Do gráfico pode-se observar que os resultados da MEA das formulações mostram uma concordância com os resultados de porosidade aparente e absorção de água, em que à medida que se aumentou a temperatura de queima houve um aumento da massa específica aparente, devido a retração das peças. Durante a queima ocorrem diversas transformações químicas e físicas no corpo cerâmico como rearranjo das partículas, fusão dos componentes fundentes, formação de fase líquida, crescimento de grãos, eliminação e aprisionamentos de gases

Com o aumento da vitrificação, os poros existentes são preenchidos pela formação de fase líquida de baixa viscosidade promovendo assim uma maior densificação das peças.

Nas temperaturas de 1100°C a 1200°C os corpos de prova apresentam uma massa específica aparente consideravelmente superior à da temperatura de 1000°C. Isso se deve a presença da moscovita, presente no caulim, e os óxidos alcalinos fundentes, que promovem a formação da fase líquida. Assim o líquido formado escoa removendo os gases e preenchendo os espaços vazios aproximando as partículas, promovendo o adensamento do corpo cerâmico. Desta forma, com base nas observações feitas, fica mais evidente o efeito dos óxidos de cálcio proveniente dos carbonatos, em retardar a densificação do corpo cerâmico.

5.2.6 Tensão de Ruptura à Flexão

As tabelas 24, 25, 26 e a figura 32 apresentam os resultados da tensão de ruptura a flexão das massas em cada temperatura:

Tabela 24: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 1

Composição da formulação 1	**Temperatura (ºC)**	**Tensão de Ruptura á flexão (MPA)**	**Desvio Padrão**
60% de argila, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	16,20	0,06
	1100°C	18,27	0,04
	1200°C	22,35	0,02

Fonte: Autora (2021)

Tabela 25: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 3

Composição da formulação 3	**Temperatura (ºC)**	**Tensão de Ruptura á flexão (MPA)**	**Desvio Padrão**
30% de argila, 30% de caulim, 20% de calcário e 20% de quartzo.	1000°C	19,56	0,03
	1100°C	21,25	0,06
	1200°C	27,13	0,08

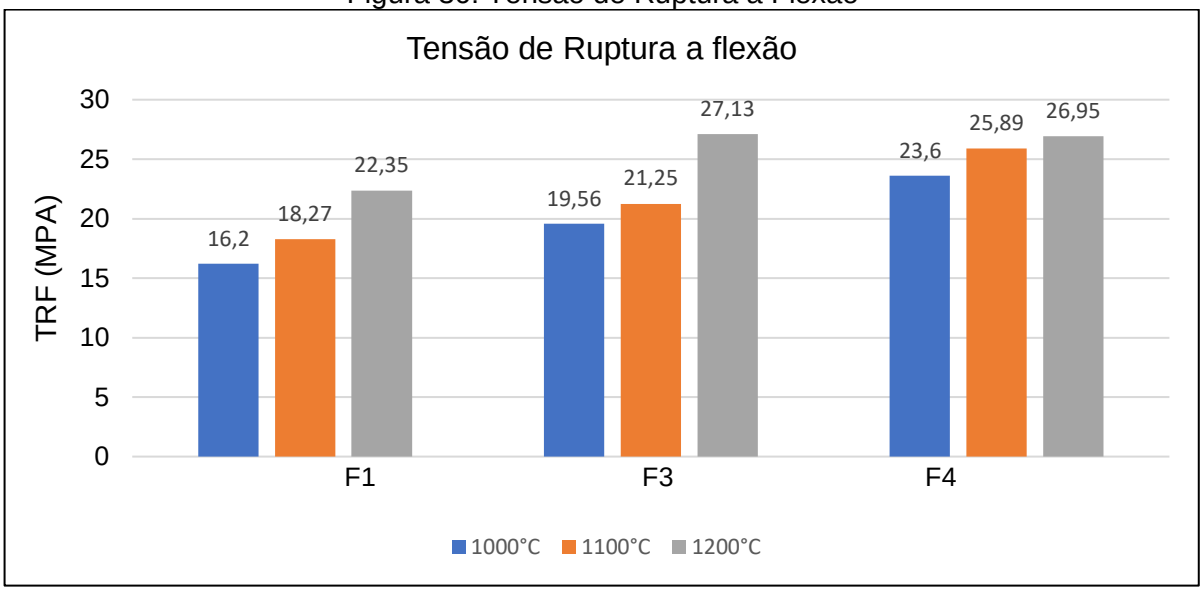
Fonte: Autora (2021)

Tabela 26: Tensão de Ruptura á Flexão - Formulação 4

Composição da formulação 4	**Temperatura (ºC)**	**Tensão de Ruptura á flexão (MPA)**	**Desvio Padrão**
25% de argila, 25% de caulim, 25% de calcário e 25% de quartzo.	1000°C	23,60	0,01
	1100°C	25,89	0,07
	1200°C	26,95	0,02

Fonte: Autora (2021)

Figura 36: Tensão de Ruptura á Flexão



Fonte: Autora (2021)

Com o aumento da temperatura, verificou-se um aumento da resistência à flexão em todas as formulações analisadas, mostrando forte correlação com a absorção de água. O aumento da resistência com o aumento da temperatura ocorre devido a redução da porosidade e a microestrutura formada no processo de sinterização, como a fase vítrea e novas fases cristalinas que proporcionam maior resistência ao corpo cerâmico.

Estes valores são condizentes com o comportamento refratário das argilas cauliníticas, que sofrem uma maior vitrificação em temperaturas mais elevadas. Portanto, nesta faixa térmica, de 1100°C a 1200°C, ainda existe um número considerável de poros a serem preenchidos pela fase líquida formada e isto contribui diretamente para o aumento da resistência. Isto é corroborado com a significativa diminuição da absorção de água o que permite classificar este revestimento cerâmico como semiporoso.

As formulações com maior adição de calcário apresentaram os valores de resistência à flexão maiores do que as formulações com menor teor de calcário, corroborando assim com os resultados de absorção de água e porosidade aparente, estes valores revelam forte ação fundente do óxido de cálcio (CaO), formado durante a descarbonização da calcita, revelando os efeitos positivos da utilização de calcário estão presentes nas três temperaturas de queima desta formulação. Assim os carbonatos se mostraram eficientes na melhoria da resistência mecânica da massa cerâmica piauiense.

A formulação F1 em 1000°C não atingiu a resistência mínima do revestimento semiporoso devido à formulação apresentar uma concentração menor de fundente e por não ter concentração de teor de caulim na proporção da composição, formando menos fase líquida, tornando a peça mais poroso e com menor resistência mecânica.

A Tabela 27 e representa a classificação dos revestimentos cerâmicos apresentados neste estudo relacionando a formulação, temperatura, absorção de água, resistência mecânica segundo a ABNT NBR 13817 para cerâmicas prensadas:

Tabela 27: Classificação de revestimento cerâmico

Formulação	Temperatura (ºC)	Absorção de água (%)	Resistência mecânica (MPA)	Classificação NBR 13817
Formulação 1	1000°C	10,20	16,20	Poroso
	1100°C	9,59	18,27	Semiporoso
	1200°C	8,20	22,35	Semiporoso
Formulação 3	1000°C	9,97	19,59	Semiporoso
	1100°C	9,10	21,25	Semiporoso
	1200°C	7,03	27,13	Semiporoso
Formulação 4	1000°C	10,32	23,60	Poroso
	1100°C	8,59	25,89	Semiporoso
	1200°C	8,36	26,95	Semiporoso

5.2.7 Análise Macroestrutural

As figuras 33, 34 e 35 apresentam os aspectos macroestruturais e estéticos das formulações nas queimas realizadas:

Figura 37: Formulações 4, 3 e 1 a 1000°C

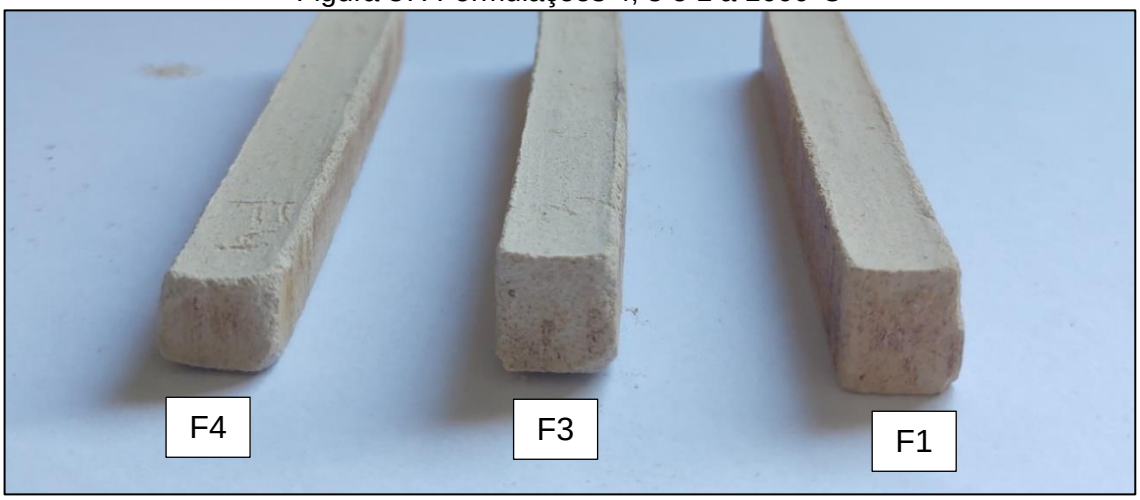
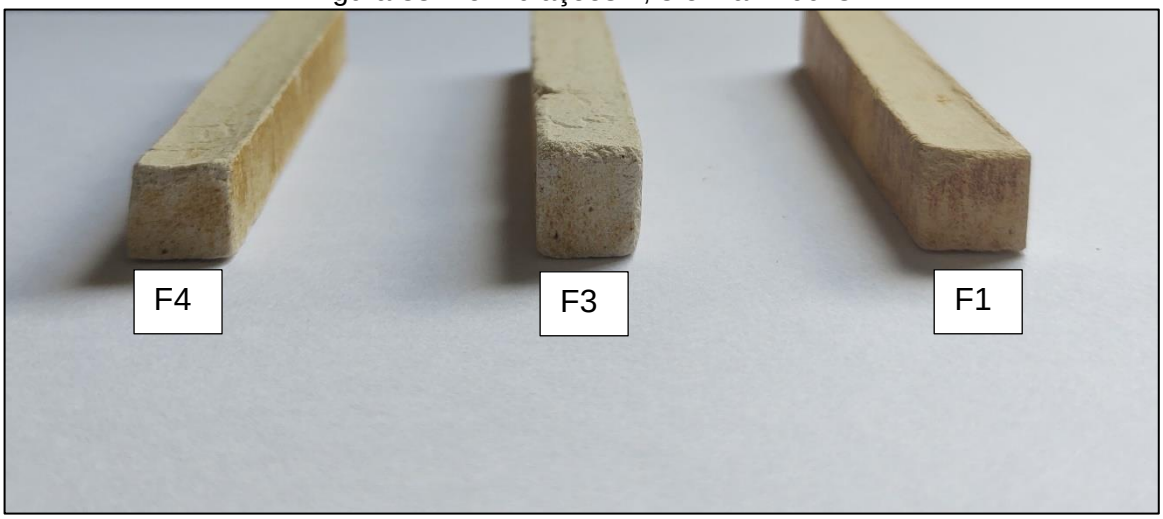
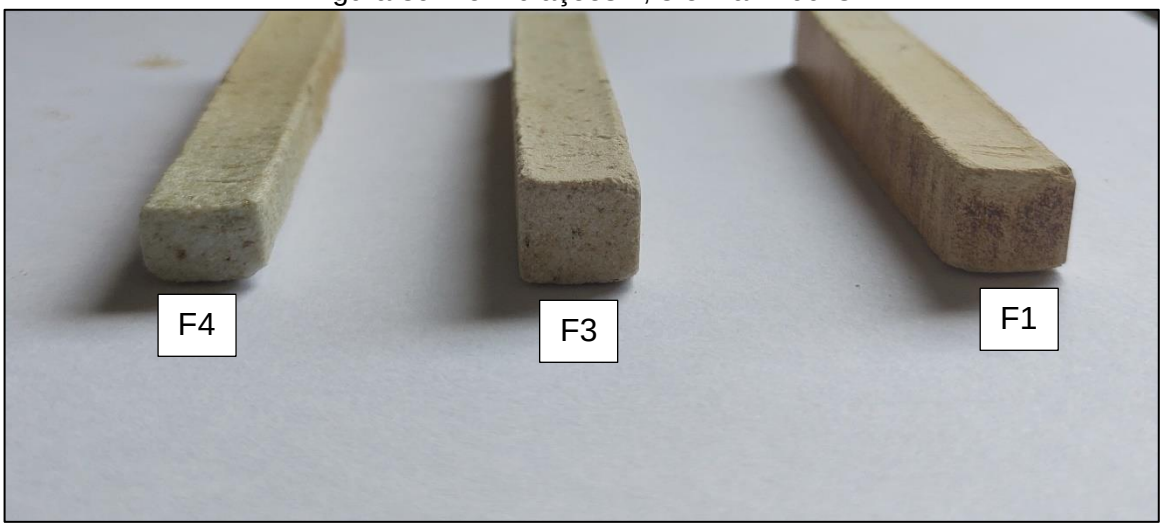


Figura 38: Formulações 4, 3 e 1 a 1100°C



Fonte: Autora (2021)

Figura 39: Formulações 4, 3 e 1 a 1200°C



Fonte: Autora (2021)

Nota-se o efeito da “mistura” da argila com o caulim e calcário na tonalidade dos corpos cerâmicos, causou um “embranquecimento” dos corpos cerâmicos, isto se deve à composição química das matérias-primas e também devido à quantidade de óxido de ferro ser pequena nas composições, na textura observa-se uma diminuição da granulação na superfície tornando-a progressivamente mais lisas.

Nas temperaturas de 1000°C e 1100°C as formulações, apresentaram uma superfície lisa. Em F4 em 1200°C viu-se o início do arredondamento das arestas dos corpos de prova, o que indica ser essa a temperatura limite de queima para garantir a estabilidade da forma das peças. Percebe-se também o efeito que a temperatura a 1200°C causa porosidade dos corpos cerâmicos

Não foram verificados, em todas as queimas realizadas, defeitos visuais como bolhas, trincas, fissuras, coração negro e deformações piroplásticas que poderiam ocorrer por causa da granulometria fina das massas, grau de compactação, transformação do quartzo, a presença dos carbonatos e a formação excessiva de fase líquida de baixa viscosidade durante a queima. Isto mostra que as massas com carbonatos se comportaram bem as temperaturas e taxa de queima aplicada em laboratório.

5.2.8 Análise Microestrutural

Com o objetivo de melhor analisar as características obtidas para cada composição de massa de revestimento cerâmico, foram realizados ensaios de difração de raios X. O DRX foi realizado nos corpos de prova que apresentaram os melhores resultados de resistência mecânica. Como a indústria tem em seu processo de produção a temperatura na faixa de 1190 °C a 1220 °C como patamar para a produção de revestimento cerâmico, optou-se por analisar a temperatura de 1200°C. Assim sendo, observou-se as transformações de fases ocorridas durante os ciclos de queimas.

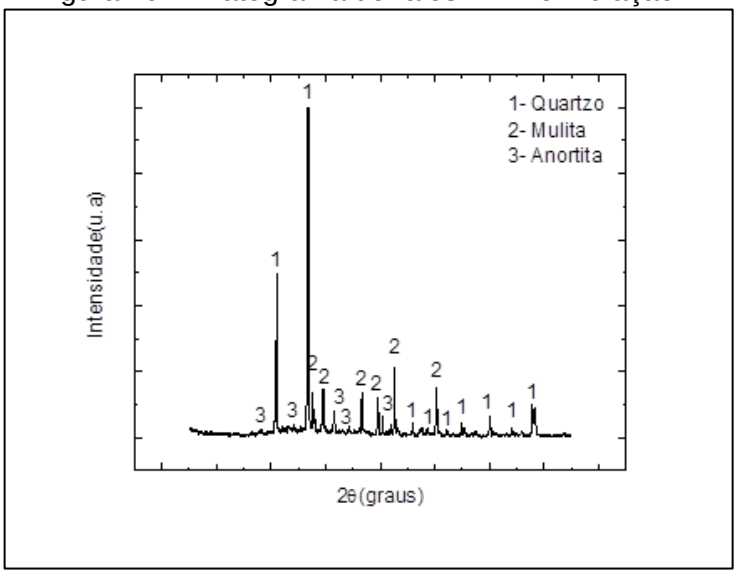
As fases que estão presentes em todas as formulações estudadas, são o quartzo, anortita ($CaAl_2SiO_8$) e mulita. Sendo o quartzo a fase predominante devido seu alto ponto de fusão. Durante a queima o quartzo se dissolve apenas parcialmente e mantém a estrutura do corpo cerâmico. Estas fases formadas corroboram com o FRX das matérias primas constituintes da formulação formada, a mulita é formada a partir do espinélio e alumino silicatos amorfos, obtidos a 985 °C a partir de argilas, como caulinita. A formação da mulita contribui de forma significativa na resistência mecânica da peça, devido a sua estrutura cristalina ortorrômbica, cujos três eixos cristalográficos são perpendiculares entre si. Como se pode observar nas composições com carbonatos, foram identificados picos de fases cristalinas à base de cálcio, como a anortita, fase esta que contribuiu de forma importante para a resistência mecânica da peça cerâmica, com a decomposição dos carbonatos, o CaO livre reage com a sílica e alumina provenientes da fase amorfa formada a partir da decomposição dos argilominerais, formando estes silicatos e aluminossilicatos de cálcio.

A fase identificada na formulação 3 e 4 foi o espinélio ($MgAl_2O_4$) que é uma fase cristalina formada a partir da fase amorfa proveniente dos argilominerais e promove o aumento da resistência mecânica das peças cerâmicas. Assim pode-se justificar o

aumento considerável da resistência mecânica dos corpos de prova com maior teor de carbonatos devido a formação de grande quantidade de compostos de cálcio e nesta temperatura de queima.

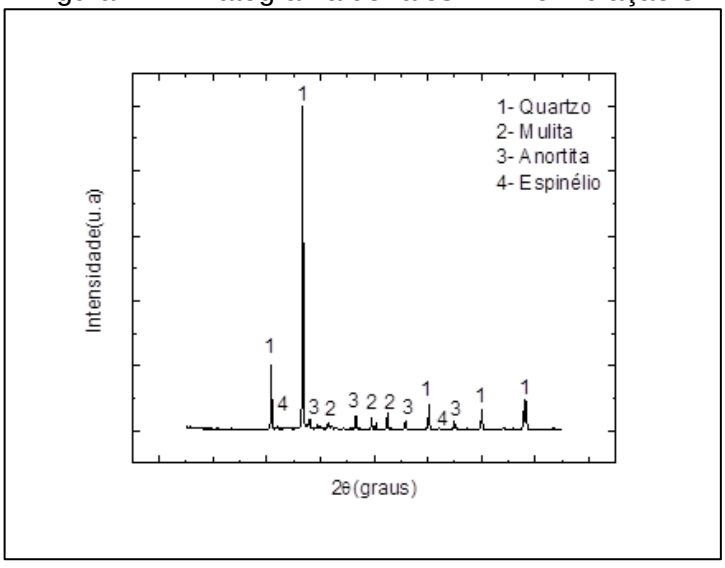
A fase identificada na formulação 4, foi a cristobalita (SiO_2), com a menor disponibilidade de SiO_2 livre e o aumento da temperatura de queima, ocorreu a formação de cristobalita, que é um polimorfismo do próprio quartzo, resultante de um rearranjo dos átomos de silício e oxigênio em um sistema cristalino tetragonal. A cristobalita, por ter uma estrutura com grande ordenamento estrutural, conferiu grande resistência mecânica à formulação.

Figura 40: Difratograma de raios-X – Formulação 1



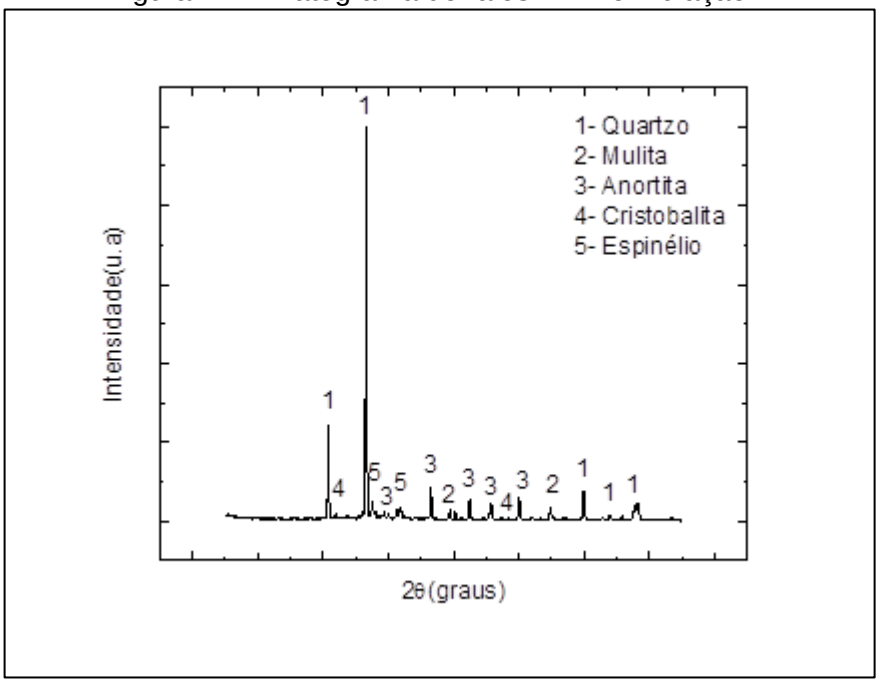
Fonte: Autora (2021)

Figura 41: Difratograma de raios-X – Formulação 3



Fonte: Autora (2021)

Figura 42: Difratograma de raios-X – Formulação 4



Fonte: Autora (2021)

6. CONCLUSÕES

Pelos resultados obtidos e em função das características das matérias-primas utilizadas, pode-se concluir alguns pontos, os quais corroboram a dificuldade existente no processo de reformulação de uma massa cerâmica. Tais pontos são apresentados na sequência:

- A caracterização das matérias-primas revelou uma granulometria bastante uniforme. Essas caraterísticas proporcionam um melhor preenchimento da matriz de conformação durante a etapa de prensagem, e maior reatividade entre os componentes das massas durante a etapa de queima.
- A utilização de argila caulinítica, com propriedades refratárias, e materiais com grande percentual de carbonatos de cálcio de natureza fundente, levaram a grande formação de fase líquida em temperaturas mais elevadas. Isto resultou numa maior densificação das peças, aumentando a perda ao fogo devido a saída de CO2, reduzindo a porosidade aberta, diminuindo a absorção de água e assim aumentando a resistência à flexão dos corpos de prova.
- Os carbonatos se mostraram eficientes na melhoria da estabilidade dimensional das peças cerâmicas, obtendo-se, em alguns casos, valores de retração linear de queima recomendada para produção de revestimento poroso e semiporoso. Também se mostrou eficiente no aumento da resistência mecânica dos corpos cerâmicos.
- O aumento progressivo da temperatura de queima promoveu a formação de novas fases cristalinas resultantes do polimorfismo do quartzo: mulita e cristobalita. Essas duas propiciariam aumento da TRF nas peças cerâmicas.
- Os resultados obtidos mostraram que é possível obter composições para a finalidade específica que são os revestimentos cerâmicos. As matérias-primas piauienses mostram-se viáveis e de boa qualidade para aplicações em massa de revestimento cerâmico.
- Com relação às composições estudadas, os resultados obtidos mostraram ser eficientes para o que a literatura e a normalização expõem.
- Por meio dos valores de absorção de água, retração linear, porosidade, massa específica aparente e módulo de resistência à flexão, os melhores resultados foram observados nos corpos de prova F3 e F4, queimados na temperatura de 1200°C, o que permitiu sua classificação como revestimento cerâmico do tipo semiporoso.

7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- Fazer estudos da potencialidade de outras matérias primas disponíveis no Piauí para produção de revestimento cerâmico, como por exemplo, o caulim beneficiado;
- Utilizar outros fundentes nas formulações de massa, com o objetivo de reduzir a absorção de água nos corpos de prova visando à obtenção de porcelanato;
- Realizar ensaios visando a obtenção da temperatura de queima e prensagem de conformação ideal;
- Estudar a viabilidade socioeconômica para produção de revestimento cerâmico, levando-se em consideração, dentre outras, a distância das jazidas.
- Ensaiar os corpos de prova em temperaturas acima de 1200 ºC e avaliar possíveis ganhos de resistência à flexão nas formulações;
- Ensaiar os corpos de prova com camada de esmalte e avaliar os efeitos de gretagem de acordo com cada formulação.

REFERÊNCIAS

ANFACER. **Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimento, Louças Sanitárias e Congêneres**. anfacer, 2018. Disponível em: <https://www.anfacer.org.br/brasil>. Acesso em: maio de 2020.

ABCERAM - **Associação Brasileira de Cerâmica**. Disponível em: <http://www.abceram.org.br> Acesso em: Junho de 2020.

ANICER. **Associação Nacional da Industria Cerâmica**, 2017. Disponível em: <http://anicer.com.br/>. Acesso em: maio de 2020.

ASPACER. **Associação Paulista das Cerâmicas de Revestimento**, 2017. Disponível em: http://www.aspacer.com.br/. Acesso em: junho de 2020.

ASPACER. **Conheça as diferenças entre os materiais cerâmicos e processos**. 2016. Disponível em: http://g1.globo.com/sp/sao-carlos-regiao/especial-publicitario/aspacer/ceramica-de-revestimento/noticia/2016/10/conheca-diferenca-entre-os-materiais-ceramicos-e-processos.html. Acesso em: junho de 2020.

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

ABNT. **NBR 13817: placas cerâmicas para revestimento**: classificação. Rio de Janeiro, 1997b.

ABNT. **NBR 13818: placas cerâmicas para revestimento**: especificação e Métodos de Ensaios. Rio de Janeiro: 1997c.

ABNT.NBR 6502: **Rochas e Solos**. Rio de Janeiro: 1995.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C – 973 – 88. Water absorption.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D790**: Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.

AVELINO, F. P. **Estudo de formulações para produção de revestimento cerâmico apartir de matérias-primas encontradas no estado do Piauí com adição de pó de vidro**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Instituto Federal do Piauí, Teresina, 2019.

ALBARO, J. L. A. **A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial**. Parte V: descrição da etapa de prensagem. Revista cerâmica, 6, 3 (2001) 26.

ALBERS, A. P. F.; MELCHIADES F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O. **Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X**. Cerâmica, v. 48, n. 305, p. 34-37, 2002.

ALBUQUERQUE, F. R., SANTOS, I. M. G., LIMA, S. J. G., SANTOS-CÁSSIA, M. R., SOLEDADE, L. E. B., SOUZA, A.G., MARTINELLI, A. E. **Planejamento Experimental Aplicado á Otimização de massas cerâmicas contendo matérias-primas naturais**. Cerâmica, vol. 53, p. 300-308, 2007.

BIFFI, G. **O Grês Porcelanato**: manual de Fabricação e Técnicas de Emprego. São Paulo: Faenza (Gruppo Editoriale), 2006.

CARASEK, E.; TONJES, J. W.; SCHARF, M. **Pré-concentração de chumbo e cádmio em um sistema de micro extração líquido-líquido e determinação por espectrometria de absorção atômica com chama**. Química Nova, v. 25, n. 5, p. 748-752, 2002.

CARNIO, C. **Sua casa bonita**: arte de decorar. [S. l.: s. n.], 2013

CHERNICHARO, C. A. et al. **Resíduos Sólidos: gerenciamento de Resíduos da Construção**. [S. l.: s. n.], 2008.

CONSTANTINO, A. D. O. et al. **Panorama do setor de revestimentos cerâmicos. BNDES**, set. 2006. Disponivel em: <https://www.bndes.gov.br/SiteBNDES/export/sites/default/bndes_pt/Galerias/Arquivos/conhecimento/relato/rs_rev_ceramicos.pdf>. Acesso em: junho de 2020.

DOBERSTEIN, A. W. **O Egito antigo**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2010.

GIBERTONI, C. **Estudo da Previsibilidade de Tonalidades na Decoração em Vidrados Transparentes**. 2008. 218 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - SP. 2008.

GRIM, R. E. Clay Mineralogy. New York: McGraw-Hill, Geological Science Series. 29p., 1958.

OLIVEIRA, F.E.M. **Acompanhamento da produção industrial em cerâmica da microregião do vale assu**: Estudo de caso. Monografia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido – UFERSA. Angicos - RN. 66p, 2011.

LUZ, A. P.; RIBEIRO, S. **Uso de pó de vidro como fundente para produção de grês porcelanato**. Revista Matéria, Lorena, 2008.

SANCHES, C. **Análise Econômica do Setor de Cerâmica Brasileiro e as Possibilidades de Exportação**. 2012.

SENAI. Departamento Regional do Piauí. **Especial de tecnologia de cerâmica vermelha**. Teresina – Piauí, 2006.

SANTOS, O. **Operador De Processos De Produção**. [S.l.]: Clube de Autores, 2009.

SOARES, R. A. L. **Influência do teor de calcário no comportamento físico, mecânico e microestrutural de cerâmicas estruturais**. 2008. 99 f. Dissertação (Mestrado Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

SOARES, R. A. L. **Efeitos da adição de carbonatos em formulações de massa para revestimento cerâmico utilizando matérias-primas do Piauí**. 2010. 146f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

SINDICER. **História da Cerâmica**. O Sindicato da Indústria da Cerâmica Vermelha, 2017. Disponivel em: <http://www.sindicermf.com.br/historia-da-ceramica.html>. Acesso em: Julho de 2020.

ROCHA, F. N; SUAREZ, P. A. Z.; GUIMARÃES, E. M. **Argilas e suas Aplicações em Utensílios e Materiais Cerâmicos**. Revista Virtual de Química, v. 6, n. 4, p. 1105-1120, 2014.

OLIVEIRA, A. P. **Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos**. Cerâmica Industria, 2009.

OLIVEIRA, A. P. **Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos**. Cerâmica industrial, 5, 6 (2000) 37.

OLIVEIRA, A. P.; HOTZA, D. **Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos**. Florianópolis: editora UFSC, 2011.

OLIVEIRA, A. P.; HOTZA, D. **Tecnologia de Fabricação de Revestimentos Cerâmicos**. Florianópolis: [s. n.], 2015.

VIVONA, D. **Visão, desafios e novos rumos da cerâmica de revestimento**. Cerâmica Industrial, 5, 2 (2000) 17.

SANTOS, P. **Ciência e tecnologia de Argilas**. São Paulo: Ed. Edgard Blücher LTDA, 1989.

SANCHEZ, E., GARCÍA, J., GINÉS, F., NEGRE, F., **Aspectos a serem melhorados nas características e homogeneidade de argilas vermelhas empregadas na fabricação de placas cerâmicas**. Cerâmica Industrial, 1, 3 (1996) 13.

SOUZA, P. E. C., CHRISTOFOLETTI, M. M. T., CARVALHO, S. G. **Proposta de controle de matéria-prima mineral utilizada na indústria de revestimento cerâmico**. Cerâmica industrial, 5, 1 (2000) 51.

HOTZA, D. **Etimologia e uso em diferentes línguas de alguns termos técnicos empregados na fabricação de cerâmica tradicional**. Cerâmica industrial, 12, 4 (2007) 17.

MARTÍN, F. L. **Processos produtivos em revestimentos cerâmicos**: variáveis de processo e possíveis causas de defeitos. Cerâmica industrial, 9, 5/6 (2004) 7.

MOTTA, J. F. M., JÚNIOR, M. C., TANNO, L. C**. Panorama das matérias-primas utilizadas na indústria de revestimentos cerâmicos**: desafios do setor produtivo. Cerâmica industrial, 3, 4 (1998) 30.

MOTTA, J. F. M, CABRAL JR, M., TANNO, L. C., ZANARDO, A. **As Matérias-Primas Cerâmicas. Parte II**: Os Minerais Industriais e as Massas da Cerâmica Tradicional. Cerâmica Industrial, 7, 1 (2002) 33.

MOTTA, J. F. M, CABRAL JR, M., TANNO, L. C., ZANARDO, A., Cuchienrato, G. **As Matérias-Primas Plásticas para a Cerâmica Tradicional**: Argilas e Caulins. Cerâmica Industrial, 9, 2 (2004) 33.

NORTON, F. H. **Introdução à Tecnologia Cerâmica**. Editora Edgard Blucher LTDA. São Paulo, 325p. (1973)

RECENA, F. A. P. **Conhecendo argamassa**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2017.

RODRIGUES, A. M., PIANARO, S. A., BERG, E. A. T., SANTOS, A. H. **Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grês porcelanato**. Cerâmica industrial, 9, 1 (2004) 33

LUZ, A. B.; LINS, F. A. **Rochas & Minerais Industriais**: usos e especificações. Rio de Janeiro: [s. n.], 2005.

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de minérios**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010.

LOLLI, L., NASSETI, G. MARINO, L. F. B. **A preparação a seco de massas cerâmicas**. Revista cerâmica, 5, 2 (2000) 23.

OLIVEIRA, A. P. N. MONTEDO, O. R. K., PIZETE, J., CASAGRANDE, M. **Matérias primas empregadas na fabricação de tijolos e blocos de construção**: características e influência sobre as propriedades do produto final. Seção cerâmica estrutural, 1998.

KLEIN, C.; DUTROW, B. **Manual de Ciências dos Minerais**. Porto Alegre: Bookman, 2012.

FERRARI, K. R., FIGUEIREDO, P. M., MACHADO, L. A. PASCHOAL, J. O. A. **Transformações das matérias-primas do suporte durante a queima de revestimento cerâmico**. Cerâmica industrial, 5, 2 (2000) 53.

TAMAKI, L. **Materiais e ferramentas**. Equipedeobra.pini, 2010. Disponivel em: <http://equipedeobra.pini.com.br/construcao-reforma/29/como-se-faz-porcelanato-174367-1.aspx>. Acesso em: Julho de 2020.

MANFREDINI & SCHIANCHI do Brasil Ltda. **Contribuição da preparação de massa a seco no desenvolvimento de novas tecnologias na indústria de cerâmica estrutural**. Cerâmica industrial, 7, 6 (2002) 34

GIBERTONI, C. **Desenvolvimento de Um Novo Fundente para Substituir O Feldspato em Composições de Grês Porcelanato**. 2004. 179 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Depto. Eng. Materiais, UFSCar, São Carlos, 2004.

VIEIRA, C. M. F., SOARES, J. B., SARDINHA, N. A. MONTEIRO, S. N. **Revestimento cerâmico com argila caulinítica e nefelina sienito**. 51° Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2007.

ROSSO, J.; CUNHA, E. D.; ROJAS-RAMÍREZ, R. A. **Características Técnicas e Polimento de Porcelanatos**. Cerâmica Industrial, 2005.

RIELLA, H.; FRANJNDLICH, E. D.; DURAZZO, M. **Caracterização e Utilização de Fundentes em Massas Cerâmicas**. Cerâmica Industrial, v. 7, n. 3, maio/jun. 2002.

NETO, C. C. **Análise Orgânica** - Métodos e Procedimentos para a Caracterização de Organoquímios. Rio de Janeiro: Editora da UFRJ, 2004.

SILVA, P. F. **QuantFases**. Teresina: [s. n.], 2015.