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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

ESTUDO DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS E MICROESTRUTURAIS DA FORMULAÇÃO DA MASSA ARGILOSA COM ADIÇÃO DO METACALCÁRIO PARA BLOCO ESTRUTURAL

VALTER PEREIRA DA COSTA

Orientador: Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares

TERESINA - PI

2024

VALTER PEREIRA DA COSTA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS E MICROESTRUTURAIS DA FORMULAÇÃO DA MASSA ARGILOSA COM ADIÇÃO DO METACALCÁRIO PARA BLOCO ESTRUTURAL

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: Processamento e caracterização de materiais.

Orientador: Prof. Dr. Roberto Arruda Lima Soares

TERESINA – PI

2024

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

Costa, Valter Pereira da

C837e Estudo das propriedades tecnológicas e microestruturais da formulação damassa argilosa com adição do metacalcário para bloco estrutural / Valter Pereira da Costa. - 2024.

71 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Instituto Federal deEducação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Campus Teresina Central, 2024.

Orientador : Prof Dr. Roberto Arruda Lima Soares.

1. Massa argilosa. 2. Bloco estrutural cerâmico. 3. Metacalcário. 4.Propriedades tecnológicas. I.Título.

CDD - 620.1

Elaborado por Sindya Santos Melo CRB 3/1085

VALTER PEREIRA DA COSTA

ESTUDO DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS E MICROESTRUTURAIS DA FORMULAÇÃO DA MASSA ARGILOSA COM ADIÇÃO DO METACALCÁRIO PARA BLOCO ESTRUTURAL

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.

Aprovado em: 17/06/2024.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Ayrton de Sá Brandim (Avaliador Interno)
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

Profª. Drª. Yáscara Lopes de Oliveira (Avaliador Externo)
Universidade Estadual do Piauí (UESPI)

Com gratidão, dedico este trabalho aos meus pais, Rosa e Valmir por todo esforço e dedicação, desde sempre.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, que me deu oportunidades, força de vontade e coragem para superar todos os desafios.

A toda minha família, especialmente meus pais, Rosa e Valmir, por serem a base para tudo, principalmente aos estudos.

À minha esposa, Ana Márcia, aos meus filhos, Iracy e Gustavo, por todo apoio e compreensão.

Ao meu professor orientador, Dr. Roberto Arruda, por todos os ensinamentos, contribuições e conselhos para a realização desta pesquisa.

Ao professores Drs. Érico Gomes e Vicente Galber, por terem contribuído imensamente com este trabalho.

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.

À Coordenação do PPGEM, nas pessoas do sempre solícito Me. Francílio Sousa; dos professores Drs. Ayrton Brandim e Gilvan Moreira; e ao técnico de laboratório André Filipe.

Ao Laboratório de Raios X da Universidade Federal do Ceará (UFC), na pessoado professor Dr. José Marcos Sasaki, pela realização de ensaios de DRX essenciais a esta pesquisa.

Aos amigos Flávio Pessoa e Rui Barbosa, por todo apoio e ajuda na confecção de corpos de prova.

Aos colegas e amigos do PPGEM pelas trocas de experiências e conhecimento durante o curso, em especial ao Pablo Juan, Janiel Costa, Leandro Santos e Edson Martins (*in memoriam*).

A todos não citados que, de forma direta ou indireta, contribuíram para realização deste trabalho.

RESUMO

A alvenaria estrutural ou bloco estrutural tem sido cada vez mais adotada em várias construções devido à sua economia e rapidez. As alvenarias ou blocos utilizados nesse método são geralmente de concreto ou cerâmica, sendo que estes últimos oferecem vantagens significativas, especialmente em construções de grande porte. Este estudo teve como objetivo avaliar a aplicabilidade da utilização da matéria prima não plástica, no caso, o metacalcário, em formulações processadas com massa argilosa para fabricação de blocos estruturais cerâmicos. Foram confeccionadas quatro formulações de massa cerâmica com a utilização de argila caulinítica e metacalcário, visando verificar e definir a potencialidade da utilização deste carbonato como matéria-prima complementar do produto fabricado que atenda as especificações para o bloco estrutural cerâmico. As adições do metacalcário na massa cerâmica foram feitas nas de frações de 5%, 10% 15% e 20%. As massas foram preparadas em uma matriz de conformação metálica dimensões 80mm x 10mm x 10mm, por prensagem e sinterizadas em forno de laboratório nas temperaturas de 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C. Estas foram caracterizadas através de análise granulométrica, análise química, análise mineralógica e análise termogravimétrica. Foram avaliadas as propriedades tecnológicas de retração linear, absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão. Os melhores resultados foram observados nos corpos de prova com a incorporação de 5% de metacalcário na massa argilosa e queimados na temperatura de 900ºC, obtendo-se resistência mecânica máxima média de 8,89 Mpa, sendo que alguns casos melhoraram consideravemente as propriedades tecnológicas do produto final, viabilizando uma alternativa para indústria cerâmica, além de tornar como solução para minimizar os impactos ambientais da região.

Palavras-chave: massa argilosa; metacalcário; bloco estrutural cerâmico; propriedades tecnológicas.

ABSTRACT

Structural masonry or block has been increasingly adopted in various constructions due to its economy and speed. The masonry or blocks used in this method are generally made of concrete or ceramics, with the latter offering significant advantages, especially in large-scale constructions. This study aimed to evaluate the applicability of the use of non-plastic raw material, in this case, the meta-limestone, in formulations processed with clay mass for the manufacture of ceramic structural blocks. There were made four formulations of ceramic mass with the use of kaolinitic clay and meta-limestone, aiming to verify and define the potential of this carbonate as a complementary raw material of the manufactured product that meets the specifications for the ceramic structural block. The additions of the meta-limestone in the ceramic mass were made in the fractions of 5%, 10%, 15% and 20%. The masses were prepared in a metal forming matrix dimensions 80mm x 10mm x 10mm, by pressing and sintered in a laboratory oven at temperatures of 850°C, 900°C, 950°C and 1000°C. These were characterized through granulometric analysis, chemical, mineralogical and thermogravimetric analysis. There were evaluated the technological properties of linear shrinkage, water absorption, apparent porosity, apparent specific mass and bending tensile strength. The best results were observed in the specimens with the incorporation of 5% of meta-limestone in the clayey mass and fired at a temperature of 900 ºC, obtaining an average maximum mechanical strength of 8.89 Mpa, and in some cases there was a considerable improvement in the technological aspects of the final product, providing an alternative for the ceramic industry, in addition to becoming a solution to minimize the environmental impacts of the region.

Keywords: clay mass; meta-limestone; ceramic structural block; technological properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 – Bloco cerâmico estrutural cerâmico 19

Figura 02 – Aplicação de bloco cerâmico estrutural em edificação 20

Figura 03 – Distribuição das bacias sedimentares brasileiras 23

Figura 04 – Metacalcário proveniente da região de São Raimundo Nonato - PI 24

Figura 05 – Mapa geológico de São Raiumundo Nonato - PI 25

Figura 06 – Procedimentos experimentais 28

Figura 07 – Moinho de bolas da SOLAB 31

Figura 08 – Corpos de prova prensados, desforma e armazenamento 32

Figura 09 – Forno JUNG para queima dos corpos de prova 33

Figura 10 – Equipamento utilizado nos ensaios do TRF..... 36

Figura 11 – Gráfico da curva granulométrica das matérias-primas 39

Figura 12 – Gráfico da determinação do limite de liquidez (LL) da matéria-prima.... 40

Figura 13 – Difratograma de raios X da massa argilosa 43

Figura 14 – Difratograma de raios X do metacalcário 44

Figura 15 – Curva TG e DTGA da massa argilosa 46

Figura 16 – Curva TG e DTGA do metacalcário 47

Figura 17 – Gráfico da retração linear de secagem à 110°C – RLS (%) 48

Figura 18 – Gráfico de tensão de ruptura de secagem à 110°C -TRFs (Mpa) 49

Figura 19 – Gráfico de retração linear após queima – RLQ (%) 50

Figura 20 – Gráfico de perda ao fogo - PF (%) 52

Figura 21 – Gráfico de absorção de água – AA (%) 53

Figura 22 – Gráfico de porosidade aparente – PA (%) 55

Figura 23 – Gráfico de massa específica aparente – MEA (%) 56

Figura 24 – Gráfico de tensão de ruptura à flexão após queima – TRFq (Mpa) 57

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 25 – Formulações queimadas à 850°C 59

Figura 26 – Formulações queimadas à 900°C 60

Figura 27 – Formulações queimadas à 950°C 61

Figura 28 – Formulações queimadas à 1000°C 62

Figura 29 – Microscopia optica da formulação M0 à 900°C 63

Figura 30 – Microscopia potica da formulação M5 à 900°C 63

Figura 31 – Difratograma de raios X da formulação M5 à 900°C 64

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Classificação granulométrica brasileira ABNT NBR 6502:1995.....22

Tabela 02 – Formulações das massas cerâmicas com adição de metacalcário.....32

Tabela 03 – Distribuição granulométrica da argila vermelha.....38

Tabela 04 – Distribuição granulométrica do metacalcário.....39

Tabela 05 – Classificação das argilas / formulações em relação ao IP.....40

Tabela 06 – Resíduo retido na peneira nº 325 (0,044 mm) da ABNT.....41

Tabela 07 – Composição química da massa argilosa (%).....41

Tabela 08 – Composição química do metacalcário (%).....42

Tabela 09 – Concentração das fases cristalinas nas matérias-primas.....45

Tabela 10 – Retração linear de secagem à 110°C (%).....47

Tabela 11 – Tensão de ruptura à flexão após secagem à 110°C (MPa).....48

Tabela 12 – Retração linear de queima (%).....50

Tabela 13 – Perda ao fogo das formulações (%).....51

Tabela 14 – Absorção de água das formulações (%).....53

Tabela 15 – Porosidade aparente das formulações (%).....55

Tabela 16 – Massa específica aparente das formulações (%) 56

Tabela 17 – Tensão de ruptura à flexão após queima (MPa).....57

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Absorção de água
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AG	Análise granulométrica
ASTM	American Society for Testing and Materials
DRX	Difração de raios X
DTG	Termogravimetria derivada
FRX	Fluorescência de raios X
IFPI	Instituto Federal do Piauí
IP	Índice de plasticidade
LETA	Laboratório de ensaios tecnológicos de argila
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de plasticidade
NBR	Norma brasileira
MEA	Massa específica aparente
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PA	Porosidade aparente
PF	Perda ao fogo
RL	Retração linear
SEBRAE	Serviço de Apoio as Micro e Pequenas Empresas
SENAI	Serviço Nacional de Apredizagem Industrial
TG	Termogravimetria
TRF	Tensão de ruptura à flexão (03 pontos)
UFC	Universidade Federal do Ceará
VA	Volume aparente

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 15

1.1 JUSTIFICATIVA 16

2 OBJETIVOS 18

2.1 GERAL 18

2.2 ESPECÍFICOS 18

3 REFERENCIAL TEÓRICO 19

3.1 BLOCO ESTRUTURAL CERÂMICOS 19

3.2 MATÉRIAS-PRIMAS 21

3.2.1 Argilas 21

3.2.2 Metacalcário 23

4 METODOLOGIA 27

4.1 MATERIAIS 27

4.2 MÉTODOS 27

4.2.1 Caracterização das matérias-primas 29

4.2.1.1 Análise granulométrica 29

4.2.1.2 Análise de plasticidade 29

4.2.1.3 Análise residual 29

4.2.1.4 Análise mineralógica 29

4.2.1.5 Análise química 30

4.2.1.6 Análise racional 30

4.2.1.7 Análises térmicas 30

4.2.2 Preparação das massas cerâmicas 30

4.2.3 Preparação dos corpos de prova 32

4.2.4 Secagem dos corpos de prova 33

4.2.5 Queima dos corpos de prova 33

4.2.6 Caracterização dos corpos de prova após a queima 34

4.2.6.1 Retração linear....34
4.2.6.2 Perda ao fogo....34
4.2.6.3 Absorção de água....35
4.2.6.4 Porosidade aparente....35
4.2.6.5 Massa específica aparente....36
4.2.6.6 Tensão de ruptura a flexão....36
4.2.6.7 Análise macroestrutural....37
4.2.6.8 Análise microestrutural....37
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES....38
5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS....38
5.1.1 Análise granulométrica....38
5.1.2 Análise de plasticidade....39
5.1.3 Análise residual....41
5.1.4 Análise química....41
5.1.5 Análise mineralógica....42
5.1.6 Análise racional....44
5.1.7 Análise térmicas....45
5.2 PROPRIEDADES DOS CORPOS DE PROVA APÓS SECAGEM....47
5.2.1 Retração Linear de Secagem (110 °C)....47
5.2.2 Tensão de Ruptura a flexão após Secagem (TRFs)....48
5.3 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA QUEIMADOS....49
5.3.1 Retração linear de queima (RLQ)....49
5.3.2 Perda ao fogo (PF)....51
5.3.3 Absorção de água (AA)....53
5.3.4 Porosidade aparente (PA)....54
5.3.5 Massa específica aparente (MEA)....56
5.3.6 Tensão de ruptura à flexão (TRF)....57
5.3.7 Análise macroestrutural....59
5.3.8 Análise microestrutural....62

5.3.9 Difração de raios - X (DRX) após queima.....64
6 CONCLUSÕES 66
REFERÊNCIAS 68

1 INTRODUÇÃO

No Brasil, a indústria ceramista é responsável por um papel importante e ocupa uma posição de destaque no mercado econômico do país, atraindo altos investimentos em instalações operacionais e tecnologias aplicadas, associadas à capacitação de recursos humanos. Ainda que necessite de atualização dos dados oficiais, segundo o Sistema de Inteligência de Mercado – SIM/SEBRAE, a atividade ceramista brasileira representa 4,8% da indústria da construção civil; com faturamento anual em torno de R$ 18 bilhões, representando cerca de 1,00% do VBPi (Valor Bruto da Produção Industrial); com mais de 9 mil empresas que compõem o setor ceramista; gerando 300 mil empregos diretos e cerca de 1,5 milhão de empregos indiretos; e estima-se uma produção mensal de 4 bilhões de unidades, somente, blocos de vedação e estruturais. (SEBRAE, 2015).

O mercado da indústria cerâmica no estado do Piauí, apesar de pouco desenvolvido se comparado ao de outros estados do Sul e Sudeste do Brasil, tem uma importância significativa para economia e geração de empregos no Estado. Nos centros urbanos maiores da região como Teresina, capital do Piauí, os produtos cerâmicos são adquiridos no próprio entorno da região atendendo a demanda local, fato este que mesmo com uma evolução significativa na quantidade de novas empresas de cerâmica não é observado nas demais cidades no interior do estado. Esses fatores decorrem da ausência de modernização das indústrias e de investimentos em tecnologia e pesquisa, o que dificulta a introdução de produtos e processos produtivos competitivos, em termos de preço e qualidade bem como a utilização racional dos recursos naturais do meio ambiente. (ALMEIDA, 2014).

A simples utilização de argila já não é mais suficiente para concorrer num mercado que é crescente e cada vez mais exigente. É essencial a utilização de matérias-primas não plásticas, a exemplo do metacalcário, com a finalidade de minorar perdas e custos, associado a um controle cada vez maior no processo produtivo para garantir os requisitos mínimos de qualidade técnica e estética (SOARES, 2010).

No território piauiense, estão presentes as províncias geotectônicas: Borborema, São Francisco, Costeira e Parnaíba. Esta, também conhecida como Província Sedimentar do Meio Norte, ocupa quase 80% do estado com rochas sedimentares. Nesta região, os solos resultam da decomposição de rochas

sedimentares majoritariamente paleozoicas, formando argissolos, gleissolos sálicos, neossolos flúvicos, neossolos litólicos e neossolos quartzarênicos (CPRM, 2010).

Nas faixas aluvionares das formações Piauí, Pimenteiras, Longá e Pedra de Fogo, encontram-se argilas que servem de base para a indústria tradicional de cerâmica vermelha, onde prevalece a produção de tijolos e telhas comuns e de cerâmica branca (CEPRO, 2008).

No sudoeste Piauiense, área de domínio da província da Borborema, já são encontradas unidades mais antigas, que datam do neo-arqueano ao cambriano. Estão presentes ali grandes reservas de minerais não argilosos, que podem ser incorporados ao processo de fabricação de cerâmica estrutural (CPRM, 2006).

Nos últimos anos, o bloco estrutural tem experimentado um grande desenvolvimento, por ser um processo construtivo em que as paredes são elementos portantes, capazes de resistir a outras cargas além do seu peso próprio. No entanto, apesar de ser um elemento construtivo utilizado em todo mundo, ainda é motivo de muitos estudos e muitas avaliações, objetivando aperfeiçoamento de seu desempenho para que seja cada vez mais aplicado nas edificações (TAUIL, 2023).

1.1 JUSTIFICATIVA

Na indústria cerâmica é comum a adição de diversos materiais ou resíduos para corrigir deficiências da matéria-prima, visando melhorar as especificações do produto final. Este procedimento é interessante, pois não altera a planta industrial existente.

O calcário presente nas massas cerâmicas inicialmente se configura como uma grande desvantagem ao rendimento da produção de materiais cerâmicos, produzindo trincas e fissuras que comprometem o produto final tanto do ponto de vista estético quanto de suas propriedades tecnológicas. Os problemas surgem na etapa de queima devido à pressão exercida na liberação de CO_2 e CaO livre. Porém, aplicando-se um controle mais rígido na granulometria, consegue- se utilizar esses carbonatos como fundentes da massa cerâmica, diminuindo a temperatura de formação da fase líquida e aumentando os ganhos energéticos no processo produtivo. (SOARES, 2010).

A possibilidade de aplicação de um material ainda pouco explorado e estudado, e com grande disponibilidade como o metacalcário, pode ensejar em benefícios sociais e econômicos na região. Além de viabilizar o crescimento do setor cerâmico já existente, propiciando investimentos com implantação de novas indústrias, geração de emprego e renda, e consequentemente, o aumento de arrecadação de tributos.

Portanto, é de suma importância a caracterização de matérias-primas argilosas e suas adições, com o objetivo de conhecer os comportametos físico-químico, mecânico, térmico, mineralógico de cada material para que possa prever a sua utilização mais adequada. Estes resultados serão obtidos através de experimentos, análises e simulações em laboratórios.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Analisar a influência da adição de metacalcário nas propriedades tecnológicas e macro/microestruturais do bloco estrutural cerâmico.

2.2 ESPECÍFICOS

- Caracterizar as matérias-primas e as formulações de massa, oriundas da adição com diferentes teores de metacalcário.
- Comparar as propriedades tecnológicas obtidas nas amostras com diferentes percentuais de metacalcário submetidas a variação de temperatura de queima.
- Correlacionar as propriedades mecânicas e as características macro/microestruturais das amostras.
- Verificar a possibilidade de melhoria da resistência do bloco cerâmico estrutural formuladas com adição do metacalcário.
- Identificar a formulação com melhor aplicabilidade na indústria cerâmica vermelha.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 BLOCO ESTRUTURAL CERÂMICO

O principal conceito estrutural ligado à utilização da alvenaria estrutural é a transmissão de ações através de tensões de compressão, sendo o componente básico da alvenaria estrutural, o bloco. Quando executadas com blocos estruturais cerâmicos, podem proporcionar ainda maior economia de custos e melhor desempenho, devido às características da sua matéria prima conhecida a milênios. (ANICER, 2020).

A cerâmica vermelha no Brasil, denominada de cerâmica estrutural, envolve a produção de elementos estruturais, de vedação e de acabamento para a construção civil. Fatores como mão de obra, matéria-prima e consumo de energia contribuem para a produção deste setor. É caracterizada pela coloração vermelha de seus produtos e que são utilizados na construção civil, tais como tijolos, blocos, telhas, tubos, lajes para forros, elementos vazados, agregados leves de argila expandida e outros. São produtos que oferecem boas características de durabilidade, conforto térmico e acústico, baixo custo, entre todos os envolvidos na cadeia produtiva da construção civil. (ABCERAM, 2020).

Na Figura 01 abaixo exemplifica o bloco cerâmico estrutural.

Figura 01 – Bloco cerâmico estrutural.

Fonte: Autor, 2020.

De acordo com a Associação Nacional da Indústri Cerâmica - ANICER, a alvenaria estrutural é um sistema construtivo racionalizado, mais econômico que os sistemas construtivos tradicionais. Quando comparado às estruturas de concreto armado, permitem uma redução de custo média de 20% do valor total da obra. Valor extremamente significativo na busca das empresas construtoras em aumentar a sua competitividade no mercado da construção de edifícios e ainda pouco explorado em algumas regiões do país. (ANICER, 2020). A Figura 02 mostra a execução do bloco estrutural cerâmico na construção civil.

Figura 02 – Aplicação de bloco estrutural cerâmico na construção civil.

Fonte: Autor, 2020.

Em um país de extensões continentais como o Brasil, com grande déficit habitacional, a crescente busca pela industrialização ainda esbarra em fatores econômicos e sociais que devem ser analisados com cuidado. Sendo a construção civil uma das maiores geradoras de empregos, vale avaliar no momento, se a construção realmente racionalizada, poderia cumprir seu papel social, mantendo empregos e melhorando a qualificação dos seus operários, preparando-os, para o processo de industrialização competitiva, a fim de atingir patamares de produtividade como nos países mais desenvolvidos. (ANICER, 2020).

O desenvolvimento tecnológico na produção dos blocos cerâmicos estruturais e os mais rígidos controles de processos, aliados à constante atualização das normas para projeto, execução e controle da alvenaria estrutural, recentemente unificadas para blocos cerâmicos e de concreto, conforme descrito no projeto da ABNT NBR 16868:2020, proporcionam ainda mais a difusão de um dos sistemas construtivos mais antigos da humanidade.

3.2 MATÉRIAS-PRIMAS

Segundo MOTTA (2005), a classificação das matérias primas cerâmicas, dividem-se em plásticas (minerais argilosos) e não plásticas, destacando-se os filitos, fundentes feldspáticos, talcos e carbonatos. As matérias primas plásticas são essenciais na fase de conformação, e as mais utilizadas na preparação dos blocos estruturais cerâmicos são as argilas de queima vermelha. As não plásticas atuam mais na parte do processamento térmico.

3.2.1 Argilas

A argila é a principal matéria-prima empregada na indústria da cerâmica vermelha ou estrutural. É um material natural, de textura terrosa, de granulação fina, constituída essencialmente de argilominerais, podendo conter outros minerais que não são argilominerais (quartzo, mica, feldspatos, pirita, hematita, etc), matéria orgânica e outras impurezas. Os argilominerais são os minerais característicos das argilas; quimicamente são silicatos de alumínio ou magnésio hidratados, contendo em certos tipos outros elementos como ferro, potássio, lítios e outros. Os principais grupos de argilominerais são caulinita, ilita e esmectitas ou montmorilonita. Essa composição ampla proporciona uma diversidade de propriedades físicas e mecânicas das argilas, tais como resistência mecânica, ponto de fusão, dilatação, plasticidade e cor. (ABCERAM, 2020).

O solo de natureza argilosa apresenta características de plasticidade, isto é, ao ser misturado á agua adquire a forma desejada, a qual se mantém após a secagem e cozimento. As argilas são excessivamente plásticas (também denomindas gordas) quando ricas em alumina e magras quando ricas em sílica. Constituem-se de um vasto conjunto de compostos químicos que apresentam uma granulometria muito fina, com diâmetro inferior 0,002mm (2µm), com alta

plasticidade no estado úmido, formando torrões quando secas. (AZEREDO, 2015).

A primeira característica que diferencia os solos é o tamanho das partículas que os compõem. Denominações específicas são empregadas para as diversas granulometrias, de acordo com a ABNT NBR 6502:1995. A Tabela 01 apresenta a classificação granulométrica adotada no Brasil.

Tabela 01 – Classificação granulométrica brasileira ABNT NBR 6502:1995.

FRAÇÃO		**DIMENSÕES EQUIVALENTES DOS GRÃOS (mm)**
PEDREGULHO	-	2 - 20
AREIA	GROSSA	2 - 0,6
	MÉDIA	0,6 - 0,2
	FINA	0,2 - 0,06
SILTE	GROSSO	0,06 - 0,02
	MÉDIO	0,02 - 0,006
	FINO	0,006 - 0,002
ARGILA	**-**	**MENOR QUE 0,002**

Fonte: ABNT NBR 6502:1995.

As indústrias cerâmicas utilizam massa argilosa composta por duas ou mais matérias-primas, além de aditivos e água. No caso da produção de peças cerâmicas na qual é utilizada apenas argila como matéria-prima, dois ou mais tipos de argilas com características diferentes entram na sua composição. No processo de preparação de peças cerâmicas com baixa absorção de água, por exemplo, são utilizadas misturas de argilas, tanto argilas cauliníticas, que são pouco plásticas, como argilas mais plásticas, do tipo ilítica ou montimoriloníta, favorecendo uma série de funções no processamento ou após a queima. (MAIA, 2012).

As argilas utilizadas no setor de cerâmica estrutural do Piauí são consideradas de qualidade, originaram-se da decomposição de rochas sedimentares da Bacia Maranhão-Piauí. Os solos do Estado apresentam características mineralógicas com predominância acentuada de sílica. As argilas piauienses são essencialmente cauliníticas, misturadas a uma fração arenosa variável. A maior ocorrência desta argila está localizada nas margens dos rios Parnaíba e Poty. Teresina é o município que mais produz este bem mineral, abrigando mais de duas dezenas de cerâmicas. O Município de Timon utiliza o

mesmo depósito e o mesmo mercado de Teresina, abrigando cerca de oito cerâmicas, todas de grande porte (CEPRO, 2008). A Figura 03 ilustra as principais bacias sedimentares brasileiras, portadoras de depósitos de argila para uso em cerâmica vermelha e revestimentos via seca.

Figura 03 – Distribuição de bacias sedimentares brasileiras.

Fonte: Motta *et. al.*, 2004.

3.2.2 Metacalcário

Os metacalcários são brancos a cinza claros, resultantes da recristalização em baixo grau metamórfico das rochas sedimentares originais de calcário. Este processo de metamorfização, trata-se de alterações físico-químicas causadas por pressão e temperatura elevada. São compostos basicamente por carbonato, quartzo e opacos, além de finas palhetas de mica branca (RIBEIRO, 2009).

As jazidas encontradas no munícipio de São Raimundo Nonato (PI) são majoritariamente calcíticas, com elevado percentual de carbonato de cálcio. Essa característica é um importante componente econômico no processo de fabricação do bloco cerâmico estrutural, pois as calcitas têm maior possibilidade de serem utilizadas em ciclos de queima rápido do que a dolomitas, devido a

descarbonização desta em duas etapas com temperaturas distintas, enquanto aquelas se decompõem apenas em uma etapa (MELCHIADES *et. al.*, 2001).

A reação de decomposição da calcita ocorre segundo a Equação (1):

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2\uparrow \quad (1)$$

As reações de decomposição da dolomita ocorrem segundo as Equações (2) e (3):

$$CaMg(CO_3)_2 \rightarrow CaCO_3 + MgO + CO_2\uparrow \quad (2)$$

$$CaCO_3 + MgO \rightarrow CaO + MgO + CO_2\uparrow \quad (3)$$

Segundo Melchiades *et. al.* (2001), depreende-se daí a necessidade de um controle maior da taxa de aquecimento dos calcários dolomíticos, de forma a evitar que o CO_2 liberado continue na peça.

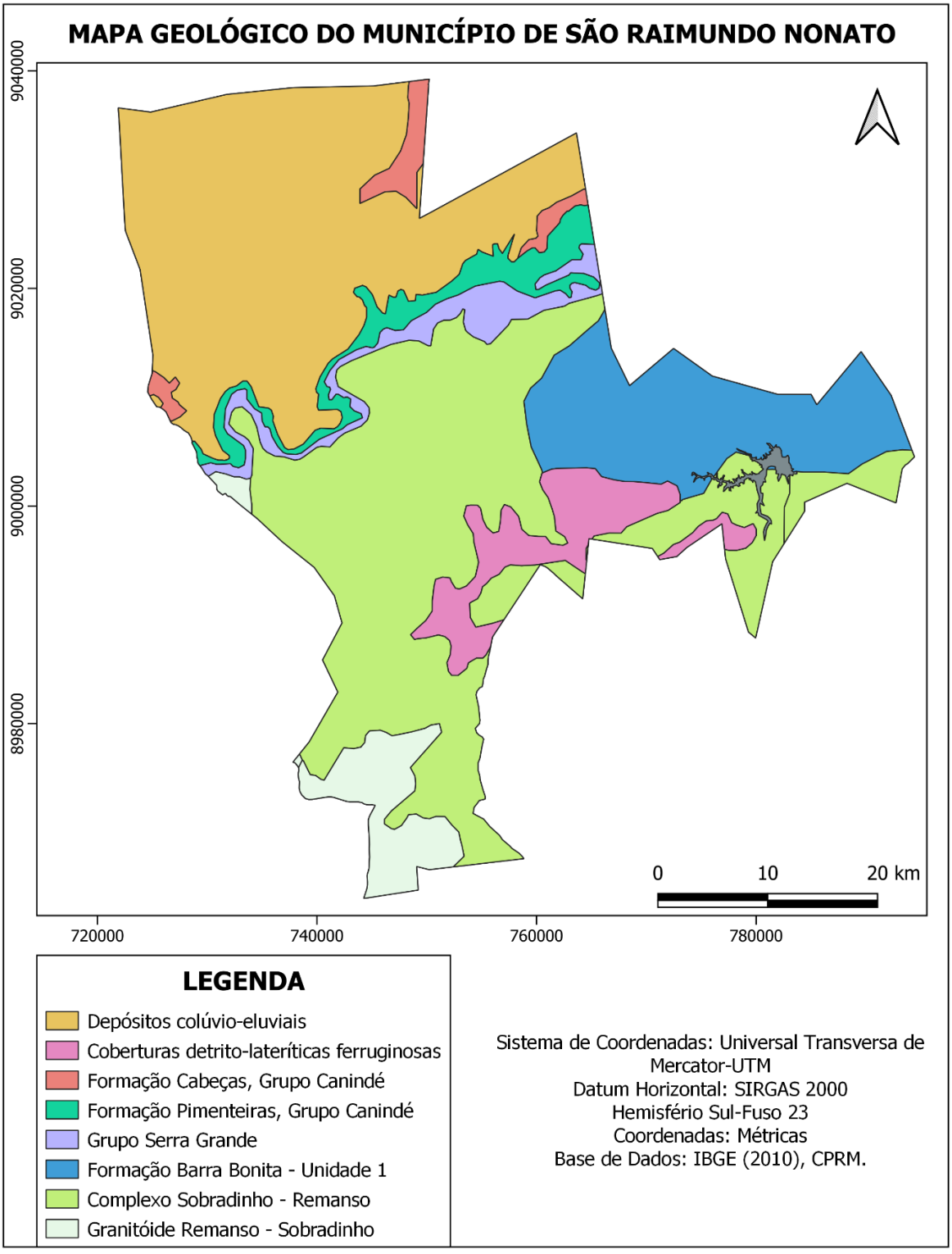
Figura 04 – Metacalcário proveniente da região de São Raimundo Nonato (PI).

Fonte: Autor, 2021.

De acordo com o mapa geológico do estado do Piauí (IBGE, 2010), ilustrado na figura 05 abaixo, o município de São Raimundo Nonato (PI) é formado

de dois domínios distintos: as rochas cristalinas do embasamento pré-cambriano e, as coberturas sedimentares do Fanerozóico.

Figura 05 – Mapa geológico de São Raimundo Nonato (PI).



Fonte: IBGE, 2010.

O embasamento cristalino é constituído, inicialmente, por gnaisses diversos pertecentes ao Complexo Sobradinho-Remanso (A23gs – determinação para níveis de ortognaisses migmatíticos, tonalítico-trondhjemíticos e granodioríticos, com enclaves máficose restos de rochas supracrustais), além de filitos, mármore, quartizitos, calcários e xistos da Unidade Barra Bonita (NPcb1q – determinação para níveis de muscovitas quartzitos) e, por fim, granitos. (IBGE, 2010).

As coberturas sedimentares são representadas, da base para o topo, pelas seguintes litologias: arenitos e conglomerados do Grupo Serra Grande; folhelhos e siltitos da Formação Pimenteiras; arenitos e conglomerados da Formação Cabeças e; areias, argilas, cascalhos e lateritas dos Depósitos Colúvio-Eluviais. (IBGE, 2010).

4 METODOLOGIA

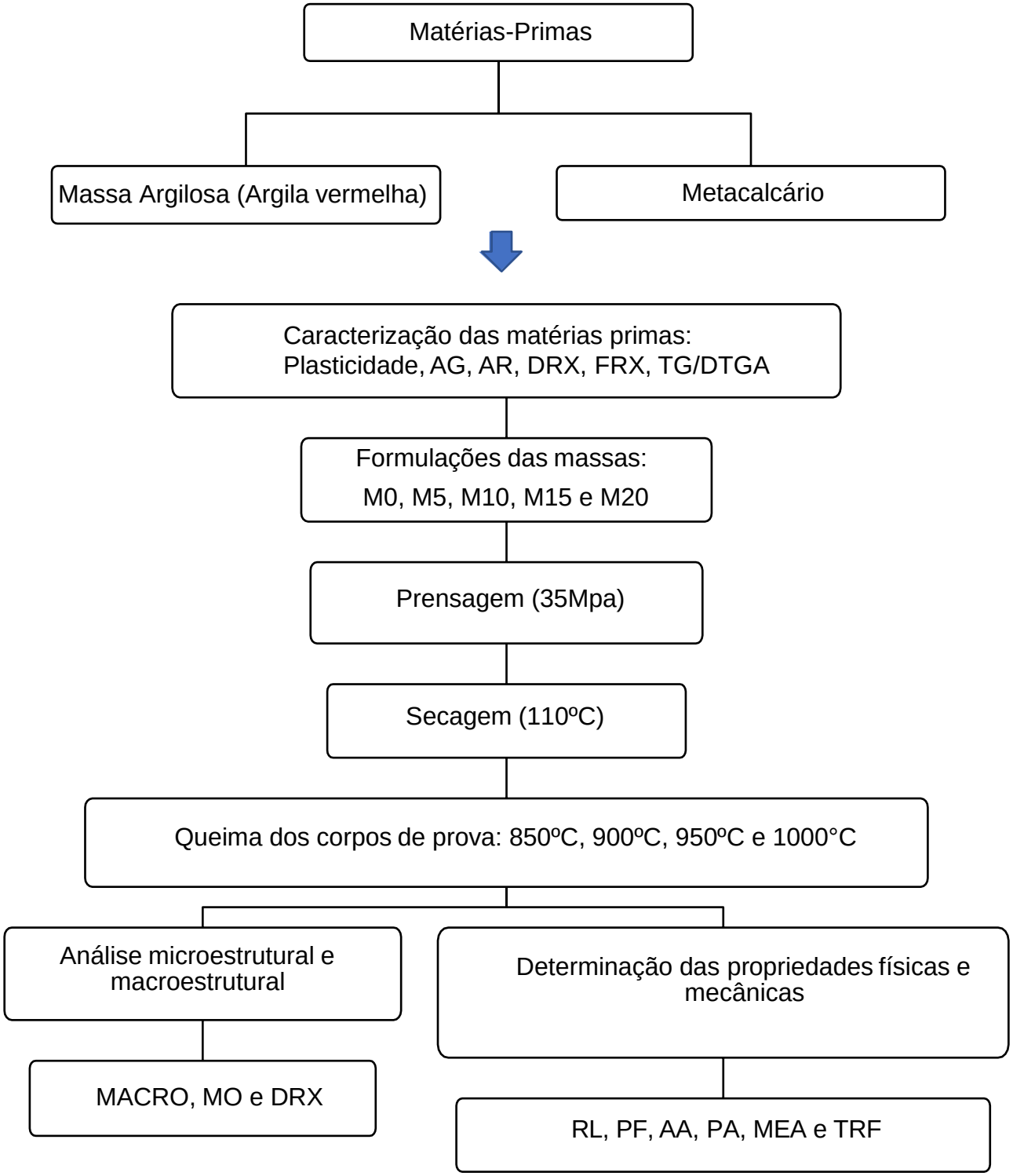
4.1 MATERIAIS

As matérias primas utilizadas neste trabalho foram as seguintes: a argila vermelha, que foi coletada no pátio industrial da Cerâmica Mafrense - Grupo Mafrense, PI-130, no KM-21, no sentido à cidade de Nazária (PI) e trazida em forma de torrões e seca ao ar livre; o metacalcário proveniente e coletado da porção sudoeste do estado do Piauí, mais precisamente na região do município de São Raimundo Nonato (PI), foi trazido em forma de blocos de metacalcário, predominantemente calcítico, e suas jazidas fazem parte da formação Barra Bonita do grupo Casa Nova.

4.2 MÉTODOS

Os procedimentos a serem utilizados no trabalho estão representados na figura de um fluxograma, representado na Figura 06, como forma de ter uma visão geral até a realização dos ensaios para obtenção dos resultados das análises.

Figura 06 – Procedimentos experimentais.



Fonte: Autor, 2020.

4.2.1 Caracterização das matérias-primas

4.2.1.1 Análise granulométrica

A distribuição granulométrica seguiu o método de peneiramento descrito na ABNT NBR 7181:1984, onde foram utilizadas cinco peneiras ordenadas da mais grossa (0,180 mm – nº 80) para a mais fina (0,045 mm – nº 325). (ABNT NBR 7181:2016).

4.2.1.2 Análise de plasticidade

Foi determinada a plasticidade da massa cerâmica coletada através dos limites de Atterberg calculados pelo ensaio de Casagrande, normatizado pela ABNT NBR 6459:1984 (determinação do limite de liquidez) e ABNT NBR 7180:1984 (determinação do limite de plasticidade). O índice de plasticidade é obtido através da equação (4), abaixo.

$$IP = LL - LP \quad (4)$$

Onde:

IP = índice de plasticidade;
LL = limite de liquidez;
LP = limite de plasticidade.

4.2.1.3 Análise residual

Para avaliação da natureza dos resíduos da argila industrial, a fim de se determinar o percentual de resíduo presente, foi coletado uma porção de 100g de argila, seca em estufa (110°C), em seguida colocada em defloculador com água e amônia (NH4OH) por 24h. Depois lavada em peneira da ABNT n° 325 e seca em estufa por mais 24h (SENAI, 2010). O resíduo foi pesado e verificado sua natureza.

4.2.1.4 Análise mineralógica

Através da difração de raios X (DRX) foram identificados os minerais presentes na matéria-prima. A análise das fases cristalina será realizada no

equipamento da Panalytical, trabalhando com radiação de Cobre (Cu-Kα) e varredura de 2θ variando de 5 a 60º.

4.2.1.5 Análise química

A composição química das matérias-primas foram realizadas por meio de uma análise quantitativa em espectrofotômetro de fluorescência de raios X em equipamento modelo Epsilon 3 XL da Panalytical.

4.2.1.6 Análise racional

Com base nos resultados de fluorescência de raios X e difração de raios X, será realizada a análise racional da argila de queima vermelha e do metacalcário, utilizou-se o programa computacional para análise racional de argilominerais, denominado de *"Quantfases*", desenvolvido no IFPI por Silva em 2015.

4.2.1.7 Análises térmicas

Para avaliação térmica das matérias-primas, foi utilizado o Analisador Termogravimétrico TGA-51H Shimadzu e o Analisador Termodiferencial DTA-50H Shimadzu. Para os dois tipos de análise, foram utilizadas massas em torno de 15 mg, com granulometria inferior a 200 mesh, sob um fluxo de ar sintético de 50 mL/min. A taxa de aquecimento será de 10 ºC/min entre 27 ºC e 1000 ºC. A análise dos resultados e a obtenção da curva derivada da TG denominada DRTG, foram realizadas utilizando-se o programa de computador denominado TA-60, para análises térmicas da marca Shimadzu.

4.2.2 Preparação das massas cerâmicas

A formulação da massa cerâmica estrutural, em geral, é feita de forma empírica, com uma composição ideal de plasticidade e fusibilidade, para propiciar boa trabalhabilidade e resistência mecânica de queima. A preparação da massa é feita geralmente através da mistura de uma argila "gorda", que é caracterizada pela alta plasticidade e granulometria fina; com uma argila "magra", menos plástica com granulometria grossa. Na sequência, a massa é umedecida em teor médio de até 20% e homogeneizada, para em seguida, fazer a conformação dos produtos cerâmicos (SOARES 2008 apud MOTTA, et al., 2001).

Inicialmente as matérias-primas foram secas em estufa. As matérias-primas foram moídas a seco, separadamente, utilizando-se um moinho de bolas, marca SOLAB, até que atingissem uma granulometria que passasse em peneira 200 mesh (74µm ABNT). A Figura 07, a seguir, mostra o moinho de bolas utilizado na preparação das massas cerâmicas.

Figura 07 – Moinho de bolas da SOLAB.

Fonte: Autor, 2020.

Uma amostra da argila vermelha em estado natural foi colocada em estufa a 70ºC por 24h. Após a secagem, o material já foi peneirado diretamente na peneira de nº 80 (peneira com abertura de 0,180mm). As matérias-primas foram pesadas com ajuda de uma balança digital da marca ADVENTURER com capacidade de 4100g e com precisão de até três casas decimais. Misturou-se cada formulação até obter homogeneidade da massa, e em seguida colocada em recipientes plásticos vedados por um período de 24h para melhor distribuição da água entre as partículas da massa cerâmica e evitar perda significativa de umidade.

Inicialmente foram confeccionados apenas corpos de prova da amostra padrão, sem a adição de metacalcário. Para cada amostra foram confeccionados 48 corpos de prova, sendo 6 para cada uma das quatro temperaturas de queima para a realização dos ensaios mecânicos, 6 corpos para secagem, 3 corpos para queima em quatro temperaturas diferentes para posterior análise em DRX e 6 corpos reservas em caso de problemas. As demais formulações das massas

cerâmicas foram feitas com os teores de 5%, 10%, 15% e 20% em peso de metacalcário, totalizando 240 corpos de prova. A Tabela 02 apresenta esses percentuais nas composições das formulações.

Tabela 02 – Formulações das massas cerâmicas com adição de metacalcário.

Formulações das massas cerâmicas	Concentração em peso (%)	
	Argila	Metacalcário
M0	100	0
M5	95	5
M10	90	10
M15	85	15
M20	80	20

Fonte: Autor, 2020.

4.2.3 Preparação dos corpos de prova

O preparo dos corpos de prova foi realizado por meio de prensagem uniaxial de 35 Mpa e, logo após, foram moldados em matriz metálica com dimensões aproximadamente iguais a 80mm x 10mm x 10mm (comprimento, largura e espessura, respectivamente). A Figura 08 mostra a prensa utilizada e ao lado o resultado final dos corpos de prova após a prensagem e o armazenamento.

Figura 08 – Corpos de prova prensados, desforma e armazenamento.

Fonte: Autor, 2020.

4.2.4 Secagem dos corpos de prova

Realizada a confecção dos corpos de prova, estes foram colocados em estufa a uma temperatura de 110ºC, durante um intervalo de tempo de 24h.

4.2.5 Queima dos corpos de prova

Posteriormente ao fim da secagem, os corpos de prova foram queimados em forno elétrico JUNG modelo LF 10014, conforme o modelo apresentado na Figura 09 abaixo, nas temperaturas de 850ºC, 900ºC, 950°C e 1000ºC. A queima ocorreu por meio de uma taxa de aquecimento constante de 2°C/min, nos quais os corpos de prova foram mantidos na máxima temperatura com um tempo de patamar de 1h. O resfriamento dos corpos ocorreu de forma natural até a temperatura ambiente ser atingida.

Figura 09 – Forno JUNG para queima dos corpos de prova.

Fonte: Autor, 2020.

4.2.6 Caracterização dos corpos de prova após a queima

4.2.6.1 Retração linear

A retração linear (RL) é definida como sendo a variação dimensional do corpo cerâmico após a secagem e a queima. Valores positivos indicam retração e valores negativos indicam que houve expansão. (SENAI, 2010). Após a aferição dos corpos de prova com paquímetro, foi realizado o cálculo da retração linear (RL) de secagem e queima por meio da Equação (5) a seguir:

$$RL\ (\%) = \frac{(Ci - Cf) \times 100}{Ci} \qquad (5)$$

Sendo:

RL = retração linear;

Ci = comprimento inicial do corpo de prova (cm);

Cf = comprimento final do corpo de prova (cm).

4.2.6.2 Perda ao fogo

É a diminuição de massa da amostra seca, durante a queima, provocada pela eliminação da matéria orgânica presente, águas provenientes de hidróxidos de alumínio e outros presentes, CO_2 da decomposição dos carbonatos e água de constituição das argilas durante a queima (SENAI, 2010). Neste ensaio, os corpos submetidos a secagem a 110ºC foram pesados e, posteriormente, foram queimados nas temperaturas de 850ºC, 900ºC, 950ºC e 1000ºC. Após o resfriamento, foram verificadas as massas de cada um após a queima. O resultado será calculado de acordo com a equação (6), logo abaixo:

$$PF\ (\%) = \frac{(Pi - Pf) \times 100}{Pi} \qquad (6)$$

Sendo:

PF = perda ao fogo;

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

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

4.2.6.3 Absorção de água

A absorção de água (AA) é a porcentagem, em peso, do valor de água absorvido pelo corpo-de-prova queimado. Esta foi obtida de acordo com SANTOS (1989). Os corpos-de-prova foram secos em estufa a 110ºC por 24h e em seguida foram pesados em balança eletrônica. Depois foram submersos em água destilada por 24h. Passado esse tempo, os corpos-de-prova foram removidos e o excesso de água superficial retirado com um pano umedecido e novamente pesados a fim de calcular o valor de água que cada corpo-de-prova absorveu, de acordo com a equação (7). (SENAI, 2010).

$$AA\ (\%) = \frac{(Pu - Ps) \times 100}{Ps} \qquad (7)$$

Sendo:

AA = absorção de água;

Pu = peso do corpo de prova úmido (g);

Ps = peso do corpo de prova seco (g).

4.2.6.4 Porosidade aparente

A porosidade aparente é determinada a fim de quantificar o percentual do volume de poros abertos dos corpos de prova após a sinterização, em relação ao volume total. Foram determinados os pesos dos corpos de prova secos, úmidos e imersos, seguindo-se ao cálculo da porosidade através da equação (8). (SENAI, 2010).

$$PA\ (\%) = \frac{(Pu-Ps) \times 100}{(Pu - Pi)} \qquad (8)$$

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).

4.2.6.5 Massa especifíca aparente

Segundo a norma ASTM (2018) foi determinada a massa específica aparente dos corpos de prova secos e queimados. As medidas de altura, largura e comprimento foram determinadas por meio de um paquímetro. As massas foram pesadas através de balança digital Instrutherm Modelo Bd-600 (precisão de 0,1g). Com isso, após a obtenção das dimensões e das massas dos corpos de prova, a massa específica aparente foi calculada de acordo com a Equação (9) a seguir:

$$MEA\ \left(\frac{g}{cm^3}\right) = \frac{Ps}{Pu - Pi} \qquad (9)$$

Sendo:

MEA = massa específica aparente (g/cm³);

Ps = massa do corpo de prova seco (g);

Pu = massa do corpo de prova úmido (g);

Pi = massa do corpo de prova imerso em água (cm³).

4.2.6.6 Tensão de ruptura a 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, foi utilizada uma máquina de ensaios universal, modelo ST 500, capacidade de 500kg, da Vincere do Brasil. Na figura 10 mostra equipamento utilizado no ensaio de resistência à flexão dos corpos de prova.

Figura 10 – Equipamento utilizado nos ensaios da TRF.

Fonte: Autor, 2020.

Operando a uma velocidade de 0,5 mm/min, conforme o método proposto pela norma (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS). Na figura 10 mostra equipamento utilizado no ensaio. Para obtenção dos resultados, foram realizados ensaios em 03 (três) corpos-de-prova para cada uma das formulações, sendo que o valor final foi dado pela média aritmética desses valores. Os cálculos foram efetuados automaticamente pelo software Trapezium 1.14, da Shimadzu. A Equação (10), abaixo, forneceu os resultados.

$$TRF\ \left(\frac{kg}{cm^2}\right) = \frac{3PL}{2BH^2} \qquad (10)$$

Sendo:

TRF = tensão de ruptura (kgf/cm²);

P = carga atingida no momento de ruptura (kgf);

L = distância dos apoios e o corpo de prova (cm);

B = largura do corpo de prova (cm);

H = altura do corpo de prova.

4.2.6.7 Análise macroestrutural

Os corpos de prova queimados foram fotografados e analisados para verificar possíveis defeitos causados por etapas anteriores ou provenientes da própria etapa de queima (temperatura e ciclo térmico) ou pela proporção dos componentes de cada formulação. Também foram avaliado o efeito estético (coloração) causado, principalmente, pela presença do ferro e dos carbonatos na massa.

4.2.6.8 Análise microestrutural

Após a queima dos corpos de prova, foi iniciada a análise microestrutural através da microscopia óptica, em que foram verificados os aspectos qualitativos, tais como brilho vítreo, porosidade e defeitos nas peças (trincas, fissuras e etc) após o processo de sinterização. Neste procedimento, foi utilizado o microscópio óptico da marca Olympus, modelo CX31, juntamente com o software MOTIC Imagens plus 2.0 ML e o microscópio usb digital Innovation Beyond Imagination.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS

5.1.1 Análise granulométrica

A curva de distribuição granulométrica da massa argilosa foi determinada via úmida, segundo a prescrição da ABNT NBR 7181:1984, que consiste na combinação entre peneiramento e sedimentação do material.

A análise da distribuição granulométrica da matéria prima argila vermelha 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. Essa granulometria será fundamental para analisar a viabilidade do metacalcário como fundente, pois promoverá uma maior reatividade entre os óxidos de cálcio e magnésio e as fases amorfas procedentes da decomposição dos argilominerais, formando novas fases cristalinas e evitando a expansão por umidade. A granulometria mais fina contribui para reatividade mais eficiente durante a sinterização devido ao aumento da superfície de contato. (SENAI, 2010).

As tabelas 03 e 04 ilustram os resultados das granulometrias para as matérias-primas. Na figura 11, demonstra o gráfico com a curva granulométrica das matérias primas analisadas.

Tabela 03 – Distribuição granulométrica da argila vermelha.

N° PENEIRAS ABNT	ABERTURA (mm)	RESÍDUO RETIDO NA PENEIRA (g)	RESÍDUO RETIDO NA PENEIRA (%)	MASSA PASSANTE (%)
25	0,710	0,22	0,22	99,78
40	0,425	0,75	0,75	99,03
60	0,250	2,51	2,51	96,52
80	0,177	1,75	1,75	94,77
100	0,149	1,02	1,02	93,75
170	0,088	2,60	2,60	91,15
325	0,044	0,50	0,50	90,65
FUNDO	-	90,65	90,65	-
TOTAL	-	100,00	100,00	-

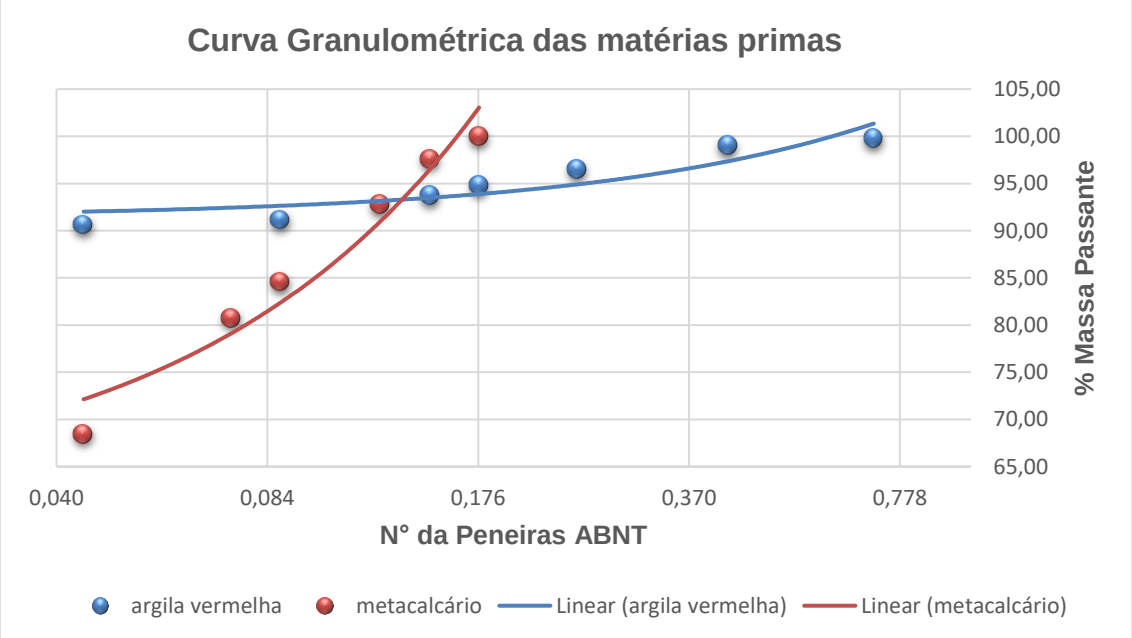
Fonte: Autor, 2021.

Tabela 04 – Distribuição granulométrica do metacalcário.

N° PENEIRAS ABNT	ABERTURA (mm)	RESÍDUO RETIDO NA PENEIRA (g)	RESÍDUO RETIDO NA PENEIRA (%)	MASSA PASSANTE (%)
80	0,177	0,00	0,00	100,00
100	0,149	2,40	2,40	97,60
120	0,125	4,80	4,80	92,80
170	0,088	8,20	8,20	84,60
200	0,074	3,85	3,85	80,75
325	0,044	12,30	12,30	68,45
FUNDO	-	68,45	68,45	-
TOTAL	-	100,00	100,00	-

Fonte: Autor, 2021.

Figura 11 – Gráfico da curva granulométrica das matérias primas.



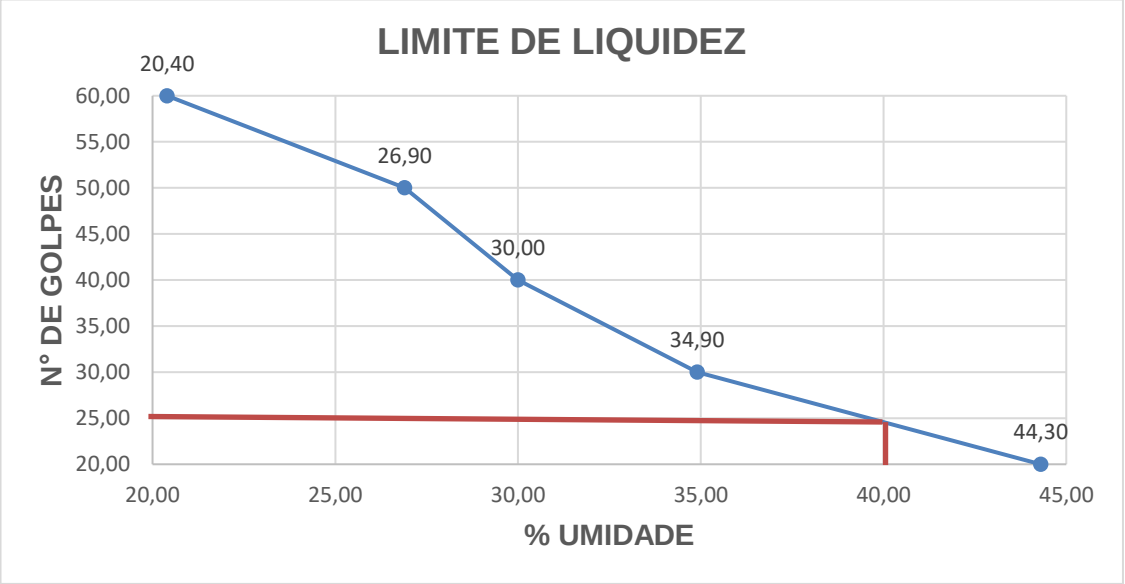
Fonte: Autor, 2021.

5.1.2 Análise de plasticidade

A figura 12 mostra o valor do limite de liquidez da argila vermelha, apresentando um valor de 40,00% aos 25 golpes, de acordo com ABNT NBR 6459/7180:1984. Com a determinação da umidade da água de amassamento em 30,90% e da umidade da água de esfarelamento em 19,10%, resultou no índice

de plasticidade (IP) em 20,90% de umidade. O índice de plasticidade verificado no ensaio foi de 20,90% e o índice de consistência (IC) de 0,42 para a matéria-prima argila vermelha.

Figura 12 – Gráfico da determinação do limite de liquidez (LL) da matéria-prima.



Fonte: Autor, 2021.

De acordo com os intervalos de classificação de argilas de Caputo (1988), a argila estudada é classificada como excessivamente plástica. Segue na tabela 05 os indíces de plasticidades oriundos das formulações com adição de metacalcário na massa argilosa, além da argila vermelha padrão.

Tabela 05 – Classificação das argilas / formulações em relação ao IP.

ARGILA VERMELHA/ FORMULAÇÕES	ÍNDICE DE PLASTICIDADE (%)	CLASSIFICAÇÃO
Argila Vermelha	20,90	Excessivamente Plástica
M5	19,50	Excessivamente Plástica
M10	17,30	Excelente
M15	15,20	Boa
M20	13,30	Regular

Fonte: Autor, 2021.

Pode-se observar que à medida que se adiciona o metacalcário à massa padrão, há uma diminuição do índice de plasticidade. Estes dados podem estar

relacionados a própria natureza do metacalcário. Também de acordo com o resultado, a redução da plasticidade com a adição de metacalcário é importante para a produção de cerâmica estrutural, pois a alta plasticidade de uma massa cerâmica dificulta a sua trabalhabilidade podendo muitas vezes danificar os equipamentos de produção. (SOUZA,1992).

5.1.3 Análise residual

Este ensaio foi realizado para determinar o teor de impurezas existentes na argila, portanto um parâmetro quantitativo. Essas impurezas (principalmente, matérias orgânicas) agem alterando certas características como: cor, retração, dilatação, resistência mecânica e plasticidade das argilas e influencia também na temperatura de queima, aumentando ou diminuindo, dependendo da impureza e da quantidade dessa. Contudo, através do resultado do índice de plasticidade, distribuição granulométrica e análise visual, foi possível fazer uma análise qualitativa desses resíduos, onde verificou-se a presença de matéria orgânica, sílica livre, mica, calcário e de óxido de ferro. A tabela 06 mostra o percentual de resíduo presente.

Tabela 06 – Resíduo retido na peneira nº 325 (0,044 mm) da ABNT.

MATÉRIA PRIMA	PESO INICIAL (g)	PESO FINAL (g)	RESÍDUO (g)	RESÍDUO (%)
MASSA ARGILOSA	100,00	90,65	9,35	9,35

Fonte: Autor, 2021.

5.1.4 Análise química

A tabela 7, por meio da fluorescência de raios X - FRX apresenta a composição química dos principais componentes da massa argilosa.

Tabela 7 – Composição química da massa argilosa em (%).

AMOSTRA	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	TiO_2	MgO	CaO	OUTROS
MASSA ARGILOSA	57,75	31,58	3,88	2,34	1,56	1,48	1,11	0,30

Fonte: Autor, 2023.

Constata-se um percentual majoritário de sílica (SiO_2) de 57,75%, que aparece geralmente na condição de sílica livre (quartzo) ou nos minerais argilosos. Com 31,58%, a alumina (Al_2O_3), segundo elemento mais abundante da composição da massa argilosa, é obtida quase sempre na parte estrutural dos aluminossilicatos como a caulinita e minerais micáceos. A presença de óxido de alumínio, é importante para a obtenção de propriedades tecnológicas, pois os átomos de alumínio são essenciais para a formação, em combinação com outros elementos, das fases cristalinas após a queima. Também apresentou teor de 3,88% de óxido de ferro (Fe_2O_3), cuja presença é responsável pela coloração vermelha da argila. Verfica-se também a presença de óxidos fundentes como, óxido de magnésio e potássio (MgO e K_2O), sendo o ultimo em maior concentração. Estes são óxidos alcalinos que fomentam o surigimento da fase vítrea em temperaturas mais baixas, quando expostas em teores mais elevados.

O metacalcário é constituído essencialmente por óxido de cálcio (CaO) com 94,67%, além de óxidos de silício, magnésio, ferro, estrôncio, potássio, entre outros, conforme mostra a tabela 8. 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.

Tabela 8 – Composição química do metacalcário em (%).

AMOSTRA	CaO	SiO2	MgO	Fe2O3	SrO	K2O	OUTROS
METACALCÁRIO	94,67	1,97	1,41	1,16	0,62	0,13	0,04

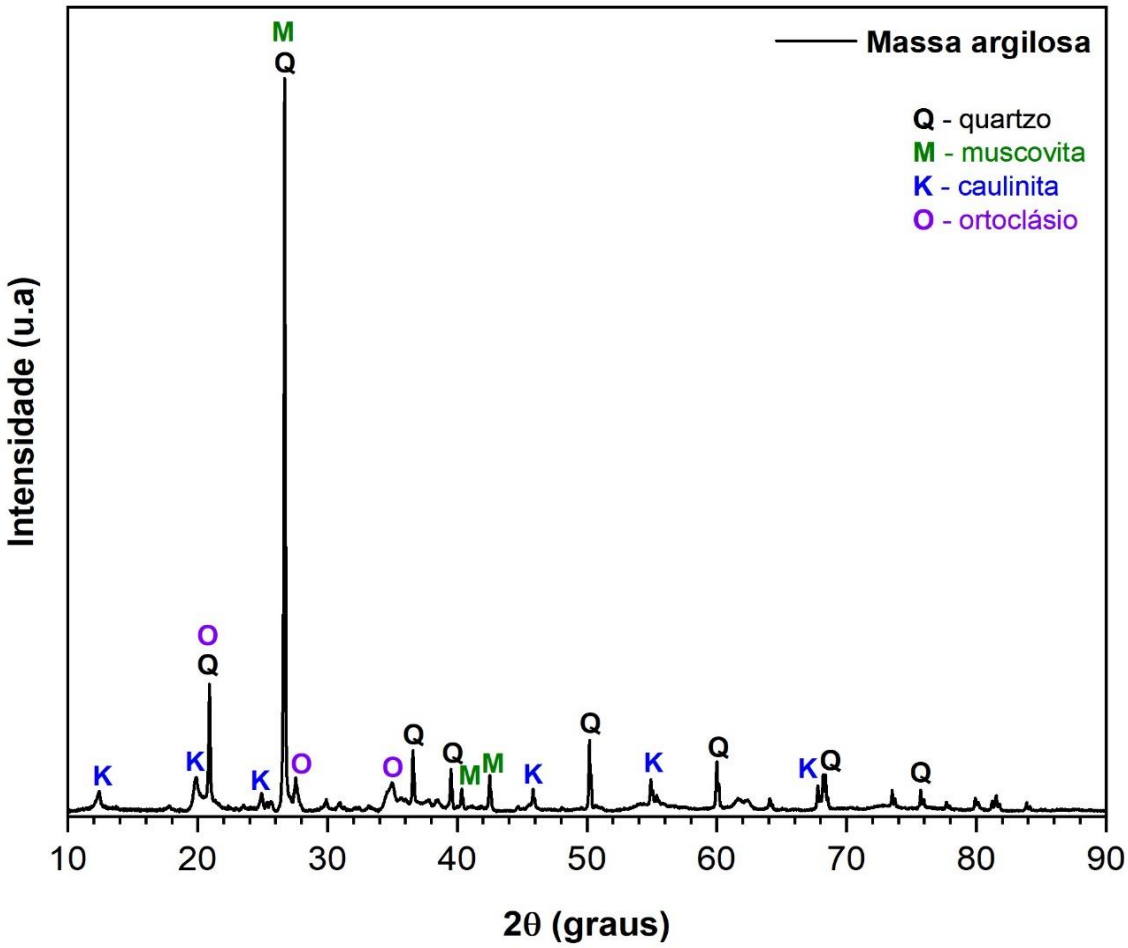
Fonte: Autor, 2023.

5.1.5 Análise mineralógica

As fases cristalinas identificadas no difratograma da massa argilosa, de presença predominante, foram os minerais referentes à caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), quartzo (SiO_2), ortoclásio ($KAlSi_3O_8$) e a muscovita ($(KAl_2Si_3AlO_{10}(OH,F)_2$) corroborando com os resultados da fluorescência de raios X. Assim, a caulinita confere um comportamento refratário à massa cerâmica. O quartzo se comporta atuando na melhoria da estabilidade dimensional das peças cerâmicas durante a fase líquida, diminuindo a retração da massa. Além, de facilitar o processo de

liberação de gases durante a sinterização dos corpos cerâmicos. Na figura 13 mostra o gráfico de DRX para a massa argilosa natural.

Figura 13 – Difratograma de raios X da massa argilosa.



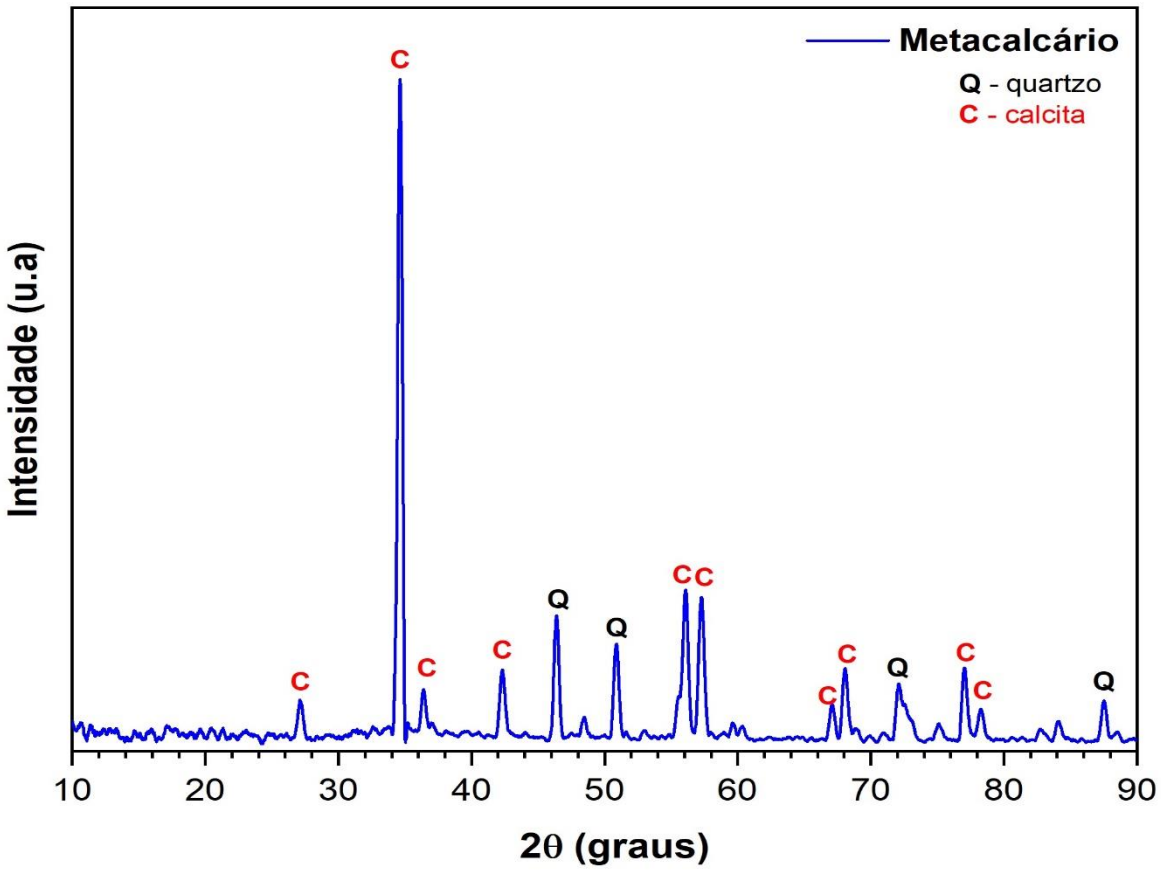
Fonte: Autor, 2024.

A partir do difratograma acima, pode-se verificar que se trata de uma massa argilosa caulinítica. As argilas cauliníticas apresentam formação da fase líquida de modo mais lento, possibilitando assim uma densificação mais homogênea das peças, sem deformaçãoes. Contudo, a caulinita é o principal argilomineral componente da massa argilosa, sendo responsável pela elevada resitência mecânicas dos produtos cerâmicos. Já o ortoclásio e a muscovita, na massa argilosa é justificada pelo potássio, identificado na ánalise química, trata-se de um componente químico importante, pois é empregado como fudente de grande valia, promovendo uma sinterização mais efetiva.

O difratograma obtido para o metacalcário, mostra picos de difração das fases cristalinas, de presença predominante, do carbonato de cálcio ou calcita ($CaCO_3$), majoritariamente, e o quartzo, em pequena quantidade. Isso, somado a análise de fluorescência de raios X, mostra 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 que influenciam nas propriedades tecnológicas de produtos cerâmicos submetidos a um ciclo de queima rápida em comparação com um ciclo de queima tradicional.

O difratograma de raios X do material é mostrado na figura 14, abaixo.

Figura 14 – Difratograma de raios X do metacalcário.



Fonte: Autor, 2024.

5.1.6 – Análise racional

Os valores obtidos na análise racional mostram uma predominância da fase cristalina caulinita na massa argilosa em relação a fase quartzo, com 58,07% do total de fases formadas. Essa quantidade expressiva de caulinita revela o caráter

refratário desta argila, o que irá impactar positivamente nas propriedades tecnológicas dos corpos de prova queimados em temperaturas mais elevadas. Também apresenta, em menor quantidade, o quartzo, com 27,72%, sendo este mineral essencial em massa argilosa para a produção de cerâmica estrutural em todas as etapas do processo produtivo.

O metacalcário apresentou elevado percentual de pureza, com 97,12% do total de fases cristalinas composto por calcita. Este percentual mostra que as formulações com adição de metacalcário terão grande quantidade de CaO, após a descarbonização da calcita durante a queima. Onde, por se tratar de um óxido fundente, poderá possibilitar na obtenção de propriedades mecânicas superiores.

Tabela 9 – Concentração das fases cristalinas nas matérias-primas.

FASES CRISTALINAS	CAULINITA	QUARTZO	CALCITA	ORTOCLÁSIO	MUSCOVITA
MASSA ARGILOSA	58,07%	27,72%	-	10,30%	3,91%
METACALCÁRIO	-	2,88	97,12%	-	-

Fonte: Autor, 2024.

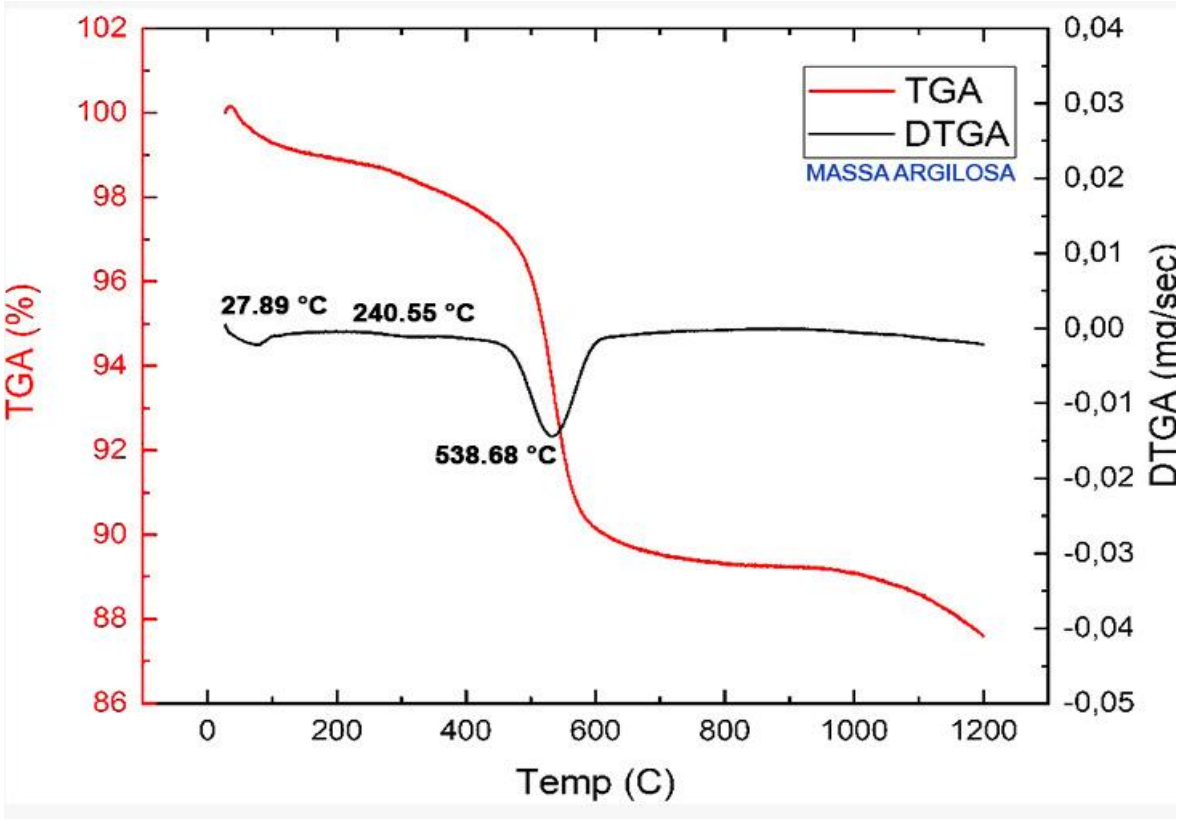
5.1.7 – Análises térmicas

Após análise da curva termogravimétrica (TGA) e da derivada da curva termogravimétrica (DTGA) da massa argilosa, é possível observar a ocorrência de três eventos característicos das argilas cauliníticas, onde o primeiro evento endotérmico ocorre em torno de 28ºC com perda de massa de 1,42%, está relacionado à liberação de água fisicamente adsorvida nas partículas dos minerais presente na massa argilosa. O segundo evento, na faixa de temperatura dos 240°C, mostra a combustão de matéria orgânica com perda de massa de 2,38%, onde tambem é caracterizada pela eliminação de água pela desidroxilação da estrtura do argilominerais. Ente 450°C a 750°C a perda de massa é de 5,03%, é mais intensa e está associada principalmente à perda de água de constituição da caulinita, com pico exotérmico em torno de 538°C, apresentando perda de massa total da ordem de 8,83%. Estes resultados sugerem que a temperatura de queima mais apropriada para o processo de queima das massas argilosas anlasiadas deverá acima de 750°C,

onde não haverá mais perda de massa e predominará a sinterização do material.

A figura 15 apresenta o resultado da analise termogravimétrica da massa argilosa:

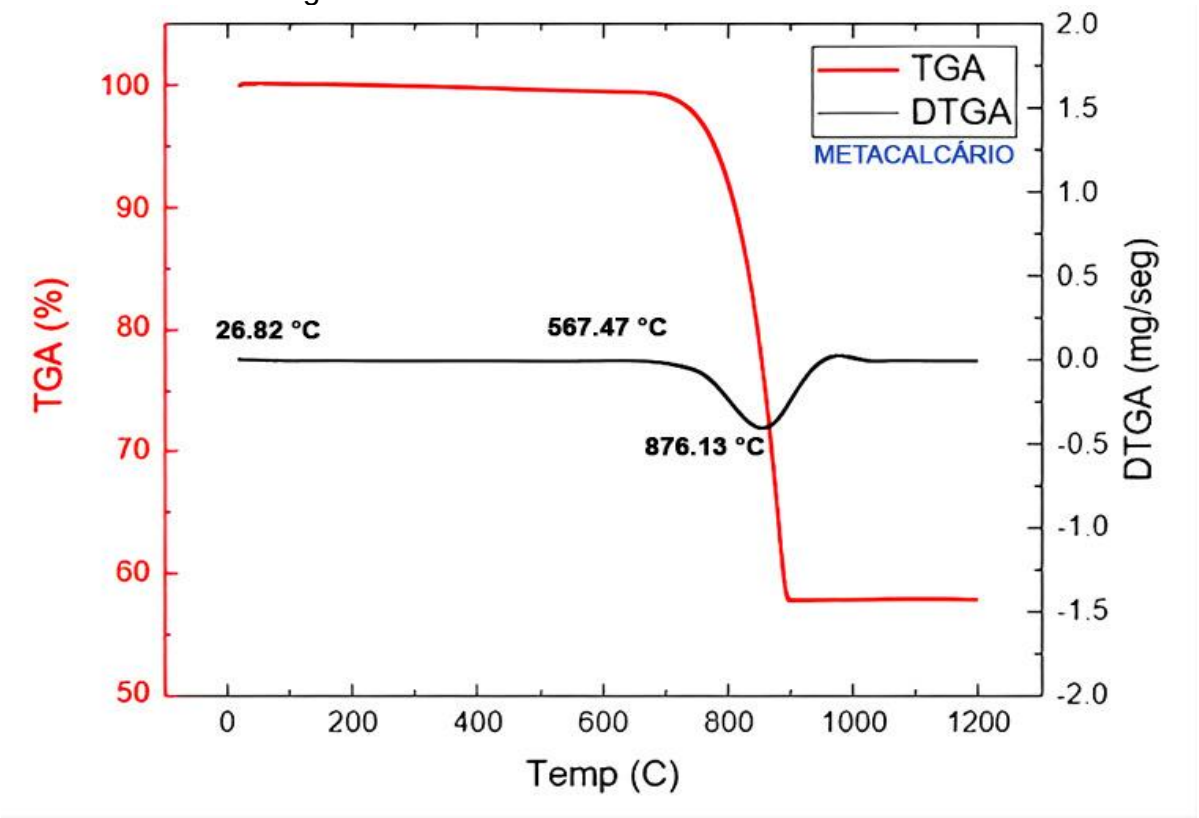
Figura 15 – Curva TG e DTGA da massa argilosa.



Fonte: Autor, 2024.

Na figura 16 mostra que na curva termogravimétrica (TGA) e na derivada da curva termogravimétrica (DTGA) do metacalcário, a perda de massa total foi de 43,12%, principalmente devido à saída de CO_2 pela decomposição do metacalcário. Em 567,47 ºC, é verificado um pico endotérmico referente aos eventos de transformação alotrópica do quartzo α em β e a eliminação da água estrutural da caulinita. A liberação de gás carbônico resultante desta descarbonização é representada na curva DTGA pelo pico endotérmico em 876,13 ºC, que representa este evento, geralmente, a decomposição de mineral calcítico é uma reação fortemente endotérmica, ou seja, absorve muito calor à medida que ocorre. A perda de massa verificada até essa temperatura foi 39,18%. Neste material, após a temperatura de 1000 ºC, a perda de massa foi desprezível.

Figura 16 – Curva TG e DTGA do metacalcário.



Fonte: Autor, 2024.

5.2 - PROPRIEDADES DOS CORPOS DE PROVA APÓS SECAGEM

5.2.1– Retração Linear de Secagem (110 °C)

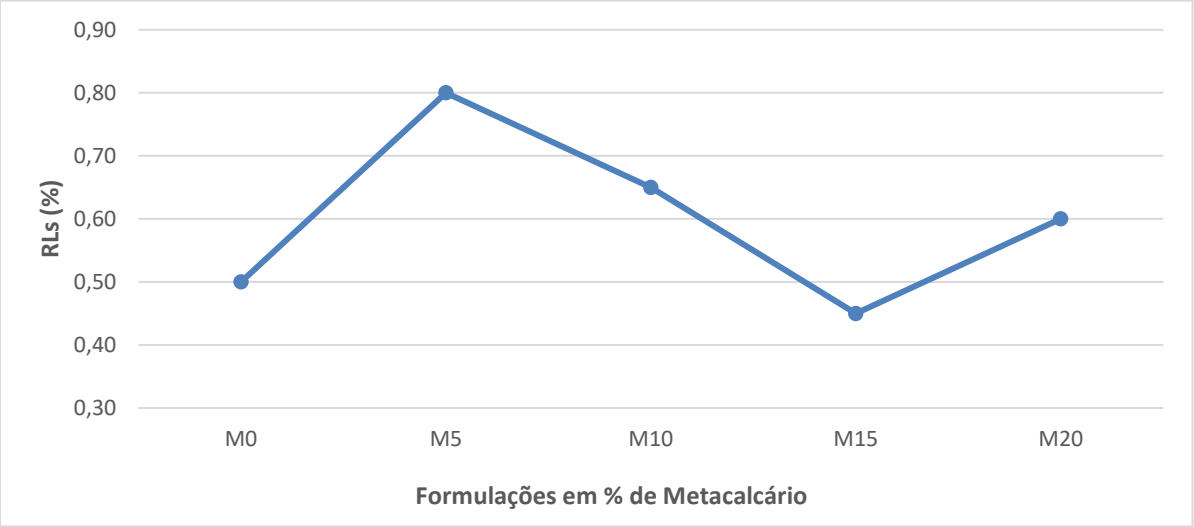
A tabela 10 e a figura 17 mostram os resultados encontrados na retação linear após secagem (110°C) das formulações analisadas.

Tabela 10 – Retração linear de secagem à 110°C (%).

FORMULAÇÕES	RLs (%)
M0	0,50
M5	0,80
M10	0,65
M15	0,45
M20	0,60

Fonte: Autor, 2023.

Figura 17 – Gráfico da retração linear de secagem a 110°C – RLS (%).



Fonte: Autor, 2023.

Observa-se que a oscilação dos valores da retração linear de secagem não foram significativas, alternando entre 0,40% e 0,90%. Onde isso se deve ao método de conformação de prensagem uniaxial e ao teor de umidade (10%). Ressalta-se que, estes resultados corroboram com as distribuições granulométricas das massas que se comportaram de forma similar.

5.2.2 – Tensão de Ruptura a flexão após Secagem (TRFs)

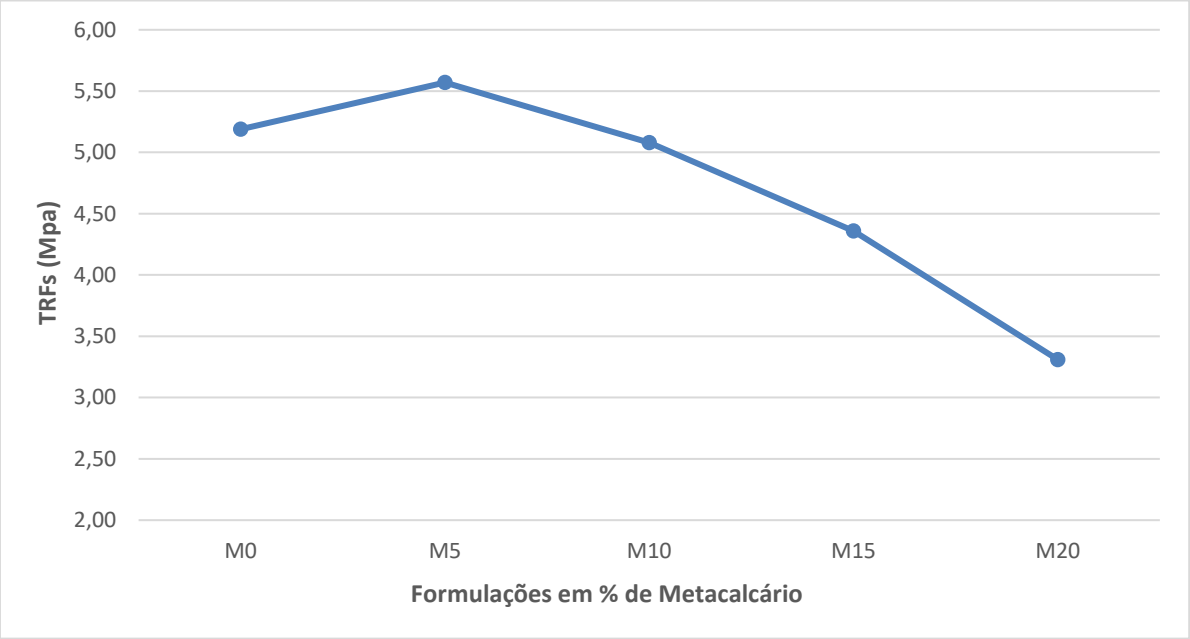
A tabela 11 e a figura 18 mostram os resultados obtidos para a tensão de ruptura a flexão de secagem das formulações na temperatura de 110°C.

Tabela 11 – Tensão de ruptura a flexão após secagem à 110°C (MPa).

FORMULAÇÕES	TRFs (MPa)
M0	5,19
M5	5,57
M10	5,08
M15	4,36
M20	3,31

Fonte: Autor, 2023.

Figura 18 – Gráfico de tensão de ruptura a flexão de secagem a 110°C – TRFs (MPa).



Fonte: Autor, 2023.

De acordo com os resultados da tensão de ruptura à flexão após secagem (110 °C), observa-se que há uma redução de seu valor com o aumento do teor de metacalcário. Fato este, que devido a sua própria natureza, por se tratar de um mineral desplastificante, resulta no menor empacotamento na conformação dos corpos de prova. Com ressalvas para a formulação M20, todas as formulações tiveram a TRF após a secagem acima da resistência mínima recomendado para bloco estrutural, que segundo a ABNT NBR 15270-1:2017, diz que a resistência mínima depedente da sua utilização, sendo para vedação (3,00 Mpa ou 30 kg/cm²) e estrutural (4,00 Mpa ou 40 kg/cm²).

5.3 – CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA QUEIMADOS

5.3.1 – Retração linear de queima (RLQ)

Segundo Dondi (2006), os valores de refrência para retração linear de queima são: ótima quando menor que 1,5% e aceitável entre 1,5% e 3%.

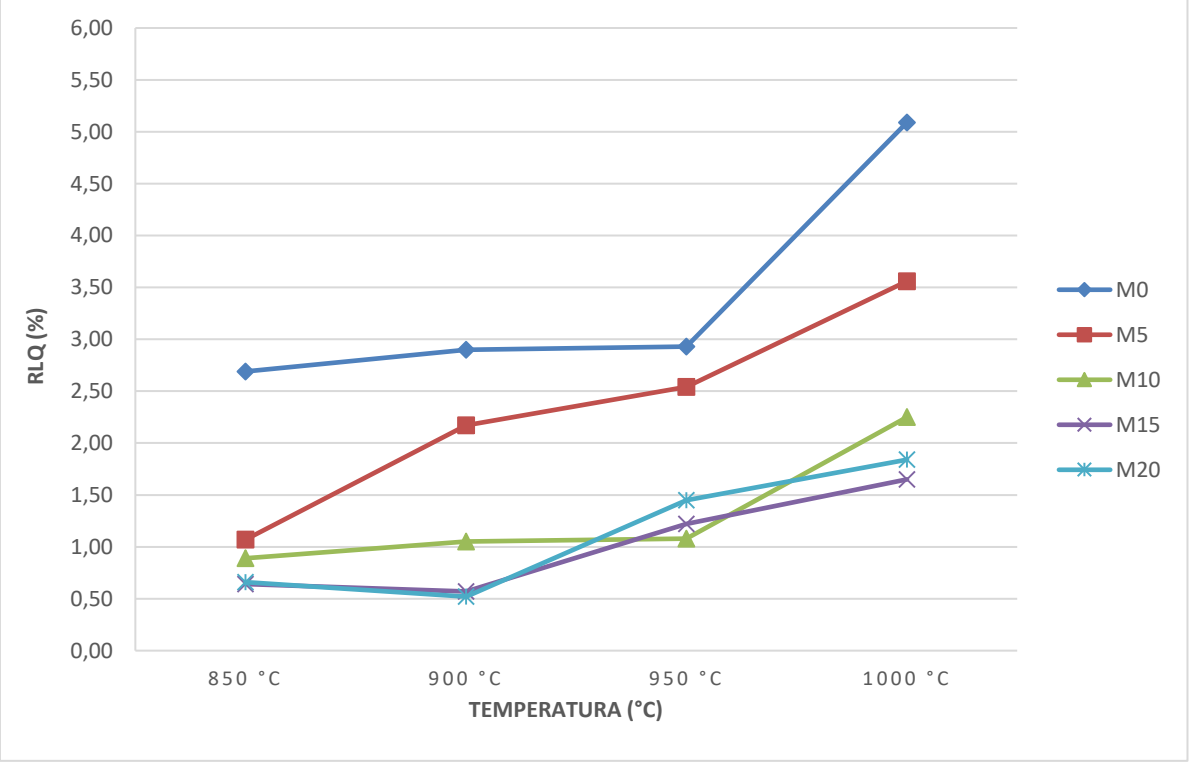
Na tabela 12 e na figura 19 mostram os resultados encontrados na retração linear após queima das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 12 – Retração linear de queima (%).

FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	2,69	2,90	2,93	5,09
M5	1,07	2,17	2,54	3,56
M10	0,89	1,05	1,08	2,25
M15	0,64	0,57	1,22	1,65
M20	0,66	0,52	1,45	1,84

Fonte: Autor, 2023.

Figura 19 – Gráfico da retração linear após queima – RLQ (%).



Fonte: Autor, 2023.

A retração linear é uma propriedade que se baseia diretamente da densidade a seco da peça prensada, da composição da massa e das condições de queima. A viscosidade da fase líquida é convertida com o incremento da temperatura, favorecendo o preenchimento dos espaços vazios entre as partículas que ainda não se fundiram, resultando na redução do volume de poros, logo, na retração da peça.

A adição de metacalcário na massa de referência promoveu uma ligeira redução da retração linear à temperatura de 1000 ºC, devido a reação do CaO com os componentes da massa. Esta interação do óxido de cálcio com a argila resulta na formação de silicatos e aluminossilicatos de cálcio que promovem uma expansão nas peças, em virtude destas fases a base cálcio possuírem densidades menores que as fases originais. Isto mostra que os óxidos de cálcio, formados na decomposição dos carbonatos presentes no metacalcário, tem elevado efeito fundente elevado nesta zona térmica, formando maior fase líquida e promovendo uma maior retração. De acordo com os resultados, verifica-se que a retração de queima ficou, na sua grande maioria, dentro do padrão aceitável em todas as formulações com adição de metacalcário.

5.3.2 – Perda ao fogo (PF)

A tabela 13 e a figura 20 mostram os resultados encontrados para a perda ao fogo das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 13 – Perda ao fogo das formulações (%).

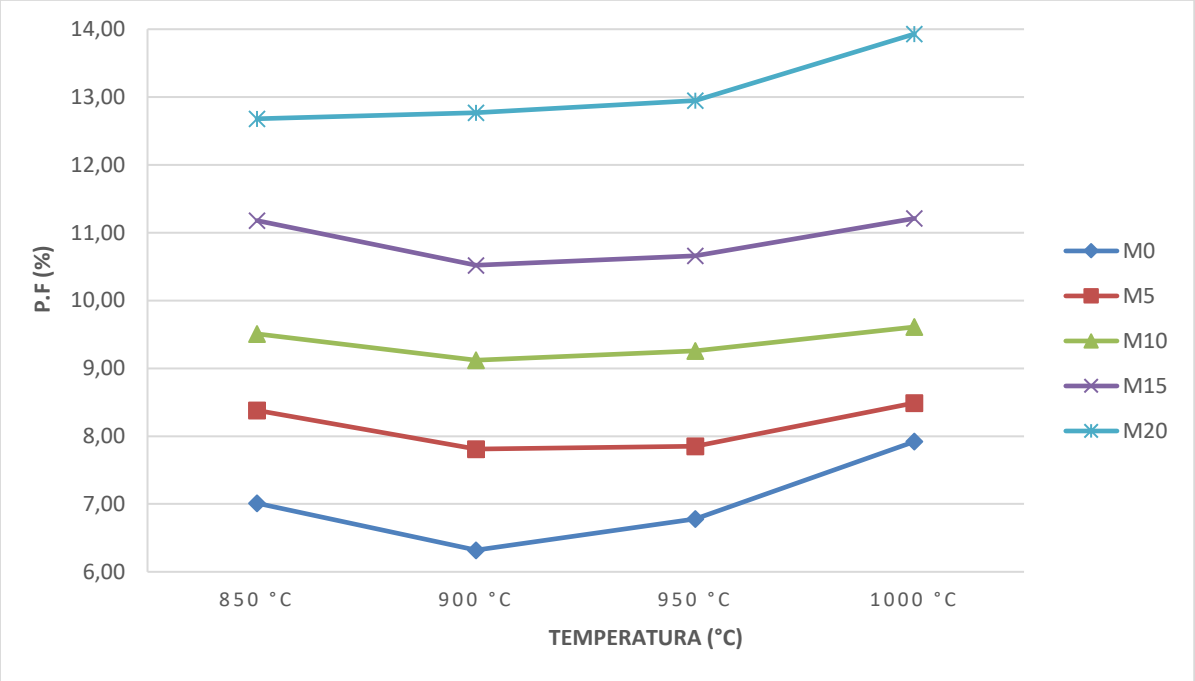
FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	7,01	6,32	6,78	7,92
M5	8,38	7,81	7,85	8,49
M10	9,51	9,12	9,26	9,61
M15	11,18	10,52	10,66	11,21
M20	12,68	12,77	12,95	13,93

Fonte: Autor, 2023.

A perda ao fogo é a redução do peso até um valor constante, que retrata uma perda de material devido à elevação da temperatura. Ela comprova o teor de matéria orgânica presente na argila e a quantidade de gás e vapor que são desenvolvidos durante o aquecimento, derivados da decomposição dos carbonatos ou da decomposição do ferro. Esta perda de massa ocorre devido à eliminação de água higroscópica, água de hidróxidos, água de constituição de argilominerais, sobretudo,

a caulinita, e água de mineral micáceo.

Figura 20 – Gráfico de perda ao fogo - PF (%).



Fonte: Autor, 2023

A perda ao fogo das formulações está dentro do parâmetro de massa cerâmica estrutural em todas as temperaturas estudadas, segundo dados fornecidos pelo SENAI (2006), onde estabelece na faixa de 6% a 16%, na composição quimica de argilas usadas na cerâmica vermelha, para a perda ao fogo.

Pelos resultados obtidos, observa-se que há um aumento da PF com o incremento do metacalcário na massa. Isto se deve pela maior perda de massa proveniente do metacalcário a partir da temperatura de 850°C.

Pode-se observar uma relação próxima entre os valores de perda ao fogo e a perda de massa total obtida com a análise termogravimétrica (TG), de 7,92% e 8,83%, respectivamente. Esta pequena diferença nos valores pode está relacionada com a distorção da umidade livre que fica adsorvida na superfície das partículas do argilomineral caulinita presente na argila analisada. Onde a curva Termogravimétrica foi obtida a partir da temperatura ambiente e a perda ao fogo é sempre determinada com amostra seca em 110°C.

5.3.3 – Absorção de água (AA)

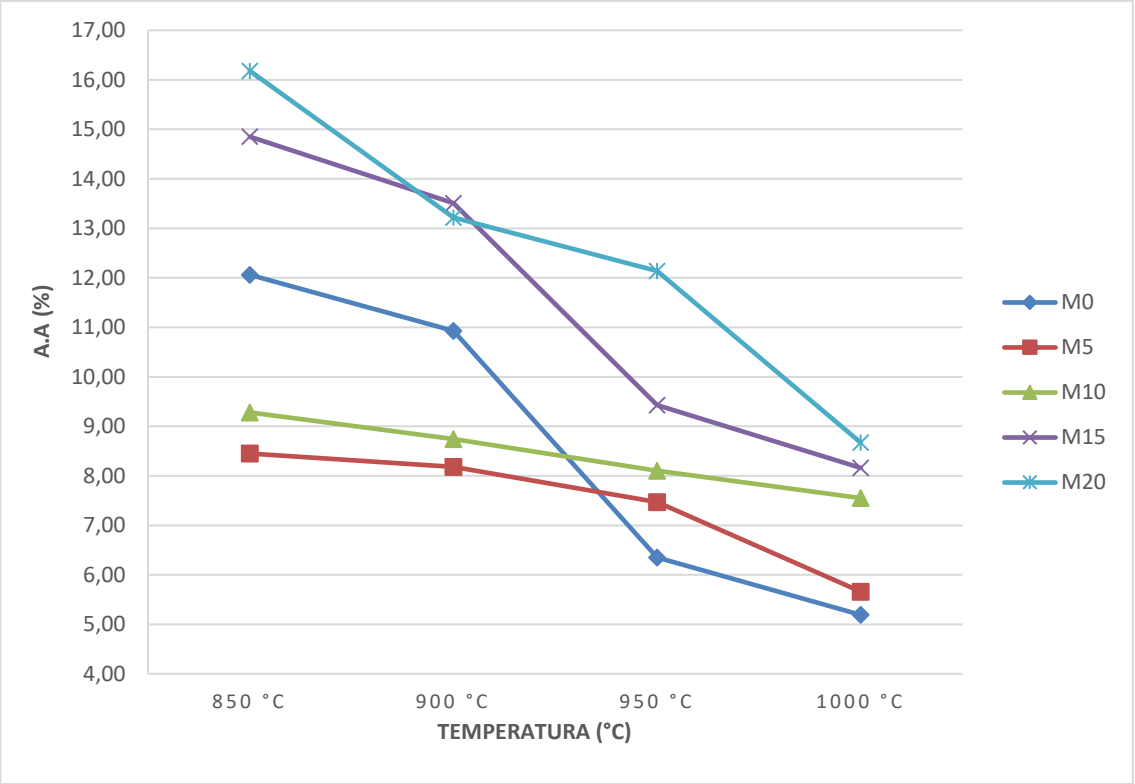
A tabela 14 e a figura 21 mostram os resultados encontrados para a absorção de água das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 14 – Absorção de água das formulações (%).

FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	12,06	10,93	6,35	5,19
M5	8,45	8,18	7,47	5,66
M10	9,28	8,74	8,10	7,55
M15	14,85	13,51	9,43	8,16
M20	16,18	13,22	12,14	8,67

Fonte: Autor, 2023.

Figura 21 – Gráfico de absorção de água - AA (%).



Fonte: Autor, 2023.

A absorção de água diminui de maneira progressiva com o aumento da temperatura, sendo que a 1000°C a redução foi mais significativa. Todas as formulações com metacalcário tiveram uma absorção de água maior que a formulação padrão, principalmente nas temperaturas mais elevadas, este comportamento está relacionado a fatores como a maior quantidade de CO_2 que sai dos corpos de prova devido a matéria orgânica existente na argila e a granulometria das partículas.

Nas formulações com adição de metacalcário, em todas temperaturas, verificou-se um pequeno aumento na absorção de água. A formulação M5 obteve os melhores resultados dentre as demais. Isto pode ter ocorrido pelo efeito fundente do metacalcário, além do melhor empacotamento das partículas nesta formulação. Nas formulações com maiores teores de metacalcário o aumento dos grãos maiores pode ter prejudicado o empacotamento da massa conformada. Soma-se a isso, há uma quantidade maior de carbonatos a ser decomposto durante a queima, contribuindo assim com aumento dos poros fechados, indicando o possivel aprisionamento dos gases dentro da peça.

Vale ressaltar que todos os resultados encontrados na AA estão de acordo com as normas vigentes regulamentadas pela ABNT NBR 15270-1:2017, onde indica que o índice de absorção de água deve estar entre 8% a 21% para blocos estruturais. E o que se observa é que todas as formulações e em todas as temperaturas em estudo os valores da absorção de água estão abaixo de 21% o que acarreta melhoria no material. Lembrando que, as propriedades da absorção de água e da tensão de ruptura por flexão se comportam de maneira proporcional, ou seja, quanto menor a AA, maior será a resistência mecânica do material cerâmico.

5.3.4 – Porosidade aparente (PA)

Como se pode perceber com os resultados da porosidade aparente das formulações, ocorreu um decréscimo em todas as temperaturas analisadas. Esses resultados corroboram com os da absorção de água e da retração linear, onde foi verificada a eliminação dos espaços vazios da peça com o aumento da temperatura. Este comportamento é devido a formação de uma fase liquída eficiente em que ocorre uma menor tensão sueprficial, que auxilia na manutenção das partículas mais próxima, retraindo a peça e reduzindo assim a porosidade. A tabela 15 e a Figura 22

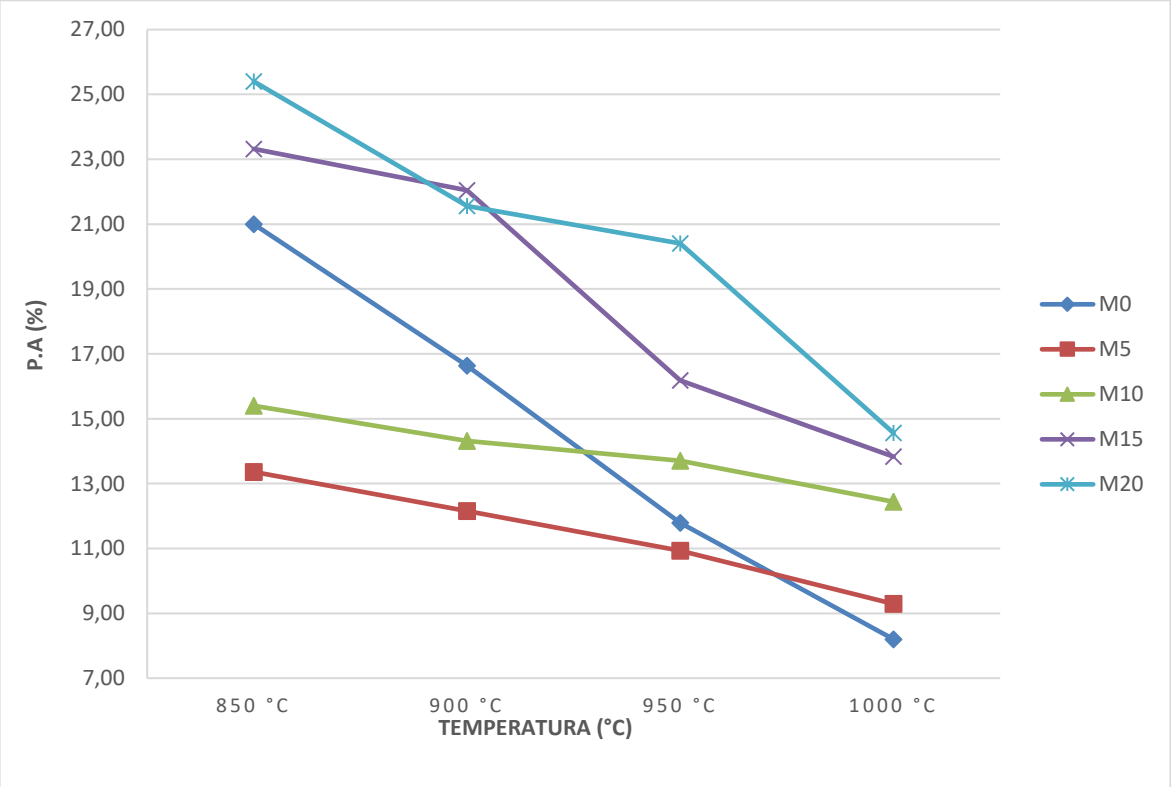
mostram os resultados encontrados para a porosidade aparente das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 15 – Porosidade aparente das formulações (%).

FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	21,00	16,64	11,79	8,20
M5	13,36	12,15	10,93	9,29
M10	15,40	14,32	13,70	12,44
M15	23,32	22,04	16,18	13,83
M20	25,40	21,56	20,41	14,56

Fonte: Autor, 2023.

Figura 22 – Gráfico de porosidade aparente - PA (%).



Fonte: Autor, 2023.

Os resultados da porosidade aparente das formulações com adição de metacalcário também se mostraram condizentes com os resultados obtidos pela absorção de água e da retração linear. A porosidade aparente sofreu um decréscimo

ao longo das quatro temperaturas de queima. 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. Assim como na absorção de água a formulação M5 obtiveram os melhores resultados nas temperaturas de 850°C a 950°C.

5.3.5 – Massa específica aparente (MEA)

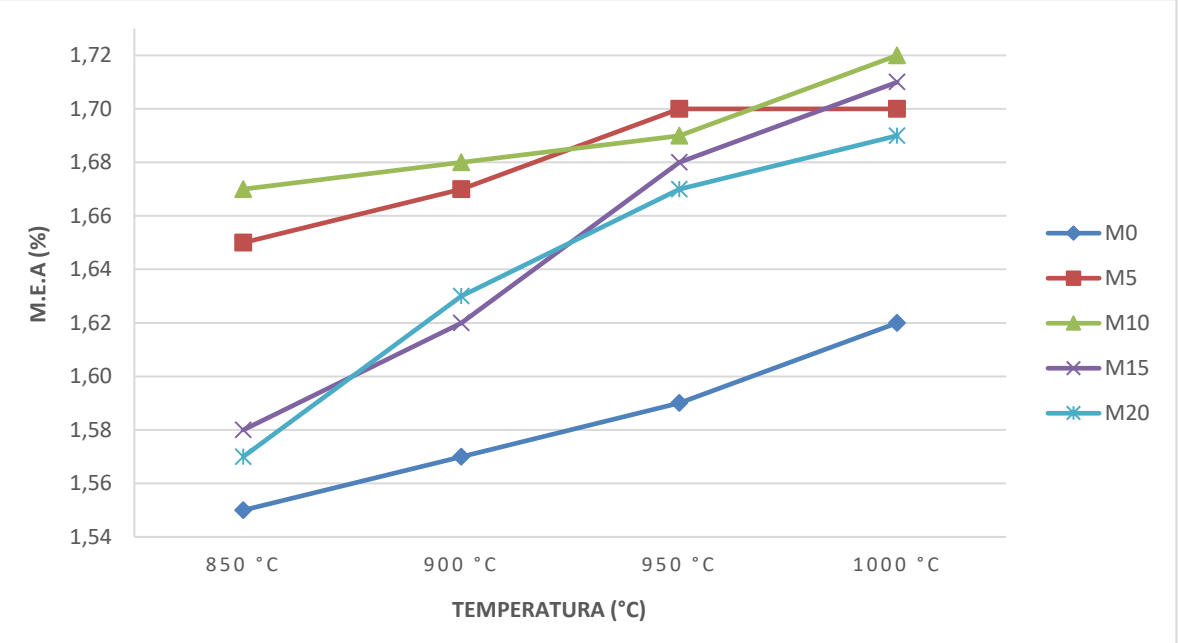
A tabela 16 e a figura 23 mostram os resultados encontrados para massa específica aparente das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 16 – Massa específica aparente das formulações (%).

FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	1,55	1,57	1,59	1,62
M5	1,65	1,67	1,70	1,70
M10	1,67	1,68	1,69	1,72
M15	1,58	1,62	1,68	1,71
M20	1,57	1,63	1,67	1,69

Fonte: Autor, 2023.

Figura 23 – Gráfico da massa específica aparente – MEA (%).



Fonte: Autor, 2023.

Em todas as formulações analisadas houve um aumento da MEA com o aumento da temperatura. Ou seja, quanto maior a MEA do corpo cerâmico, menor a quantidade de espaços vazios no interior da peça. Neste caso, uma provável predominância de sinterização por fluxo viscoso (vitrificação) contribui na densificação das peças. Os maiores resultados foram obtidos à 1000 ºC, nesta temperatura a fase líquida é menos viscosa, o que contribui com o seu espalhamento e preenchimento dos espaços vazios no interior da peça cerâmica.

5.3.6 Tensão de ruptura à flexão (TRF)

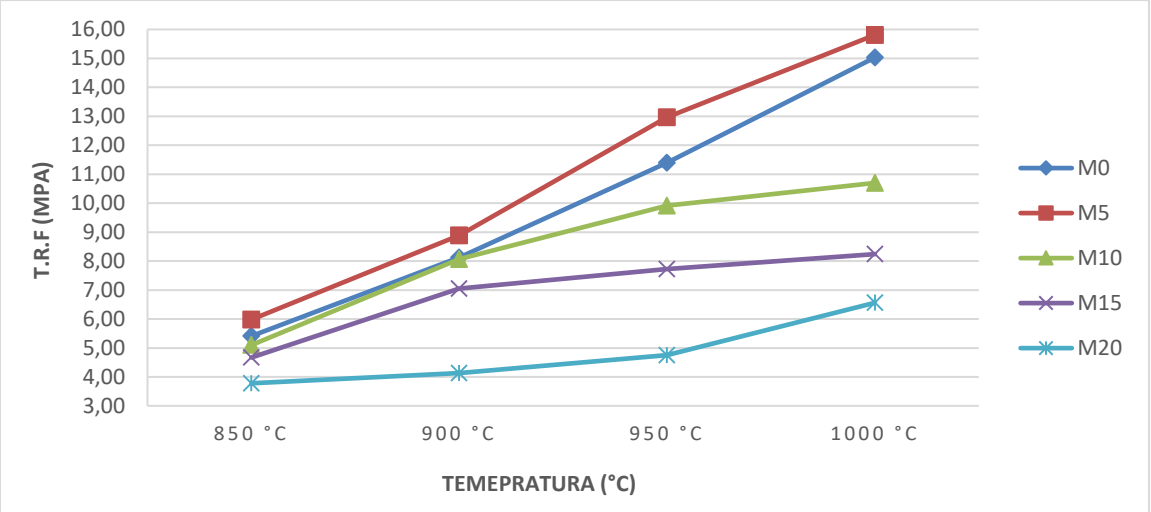
A tabela 17 e a figura 24 mostram os resultados encontrados para tensão de ruptura a flexão de queima das formulações nas temperaturas analisadas.

Tabela 17 – Tensão de ruptura à flexão após queima (MPa).

FORMULAÇÕES	TEMPERATURAS (°C)			
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
M0	5,41	8,12	11,39	15,03
M5	5,98	**8,89**	12,96	15,81
M10	5,10	8,07	9,91	10,70
M15	4,67	7,05	7,73	8,24
M20	3,78	4,13	4,75	6,56

Fonte: Autor, 2023.

Figura 24 – Gráfico de tensão de ruptura à flexão após queima - TRFq (MPa).



Fonte: Autor, 2023.

A norma da ABNT NBR 15270-1:2017 estabelece uma resistência a flexão mínima para os blocos estruturais, onde para finalidade de vedação adota-se 3,00 MPa (Kgf/cm²) e para finalidade estrutural adota-se 4,00 MPa (Kgf/cm²).

A resistência mecânica apresentada pela composição padrão M0 e pelas quatro formulações do metacalcário foi crescente à medida que se aumentou a temperatura. O aumento da resistência com o aumento da temperatura ocorre devido à redução da porosidade e da microestrutura formada no processo de sinterização, como a fase vítrea que proporciona maior resistência ao corpo cerâmico.

Os resultados da TRF dos corpos-de-prova queimados apresentaram sensível redução com o aumento do teor de metacalcário em todas as temperaturas analisadas. Estes resultados se devem pela decomposição dos carbonatos durante a queima, que desta forma diminuem sensivelmente a resistência mecânica da cerâmica.

Neste caso, verifica-se que, na grande maioria das formulações e em todas as queimas obtiveram resultados superiores ao estabelecido pela norma brasileira, sendo que, em todas as formulações com adição de metacalcário obtiveram valores acima do mínimo exigido, mediante a finalidade de utilização, pela NBR citada acima, demonstrando uma grande potencialidade do metacalcário em aplicações cerâmicas.

Na formulação M5, por exemplo, com a adição de carbonatos a massa argilosa, a resistência à flexão aumentou de 5,41 MPa para 5,98 MPa. Estes valores revelam forte ação fundente do óxido de cálcio (CaO), formado durante a descarbonização da calcita.

Na M5, verificou-se a maior resistência obtida entre as formulações do tipo “M”, com um valor de 15,81 MPa na temperatura de 1000 ºC. Isto revela que os efeitos positivos da utilização de metacalcário estão presentes nas quatros temperaturas de queima desta formulação.

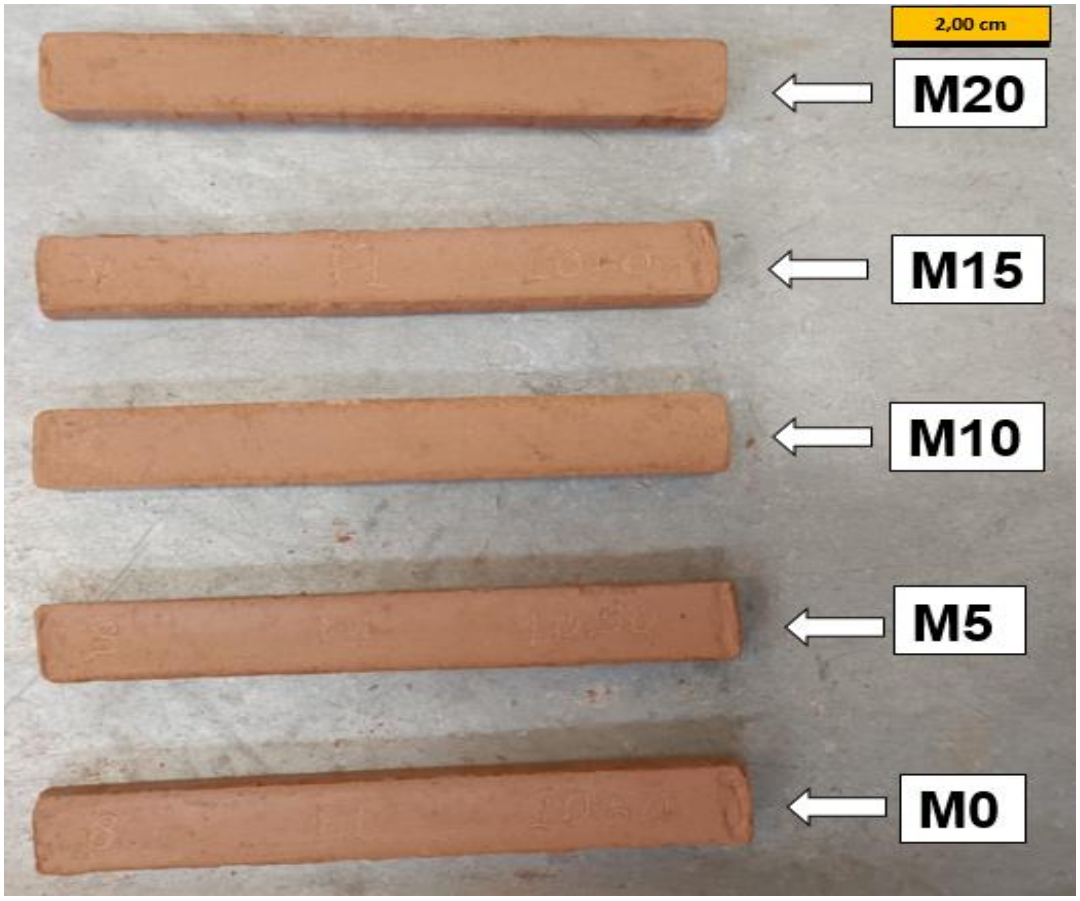
Nas formulações M10, M15 e M20 também se verificou um aumento percentual, porém, com valores bem abaixo da formulação M5. Isto é explicado pela maior absorção de água. Os resultados da formulação M5 na temperatura 900 °C, com a resistência à flexão de 8,89 MPa, levando-se em consideração a economia de energia na queima para o setor industrial (aquisição de matrizes energéticas para os fornos), apresentam os melhores resultados para resistência mecânica, e

corroboram com os resultados da absorção de água e porosidade aparente.

5.3.7 – Análise macroestrutural

As Figuras 25, 26, 27 e 28 mostram a análise macroestrutural dos corpos de prova de todas as formulações (M0, M5, M10, M15 e M20), as amostras de baixo para cima estão na ordem crescente de concentração de metacalcário, em função das temperaturas (850 °C, 900 °C, 950 °C e 1000 °C) de queima.

Figura 25 – Formulações queimados à 850°C.

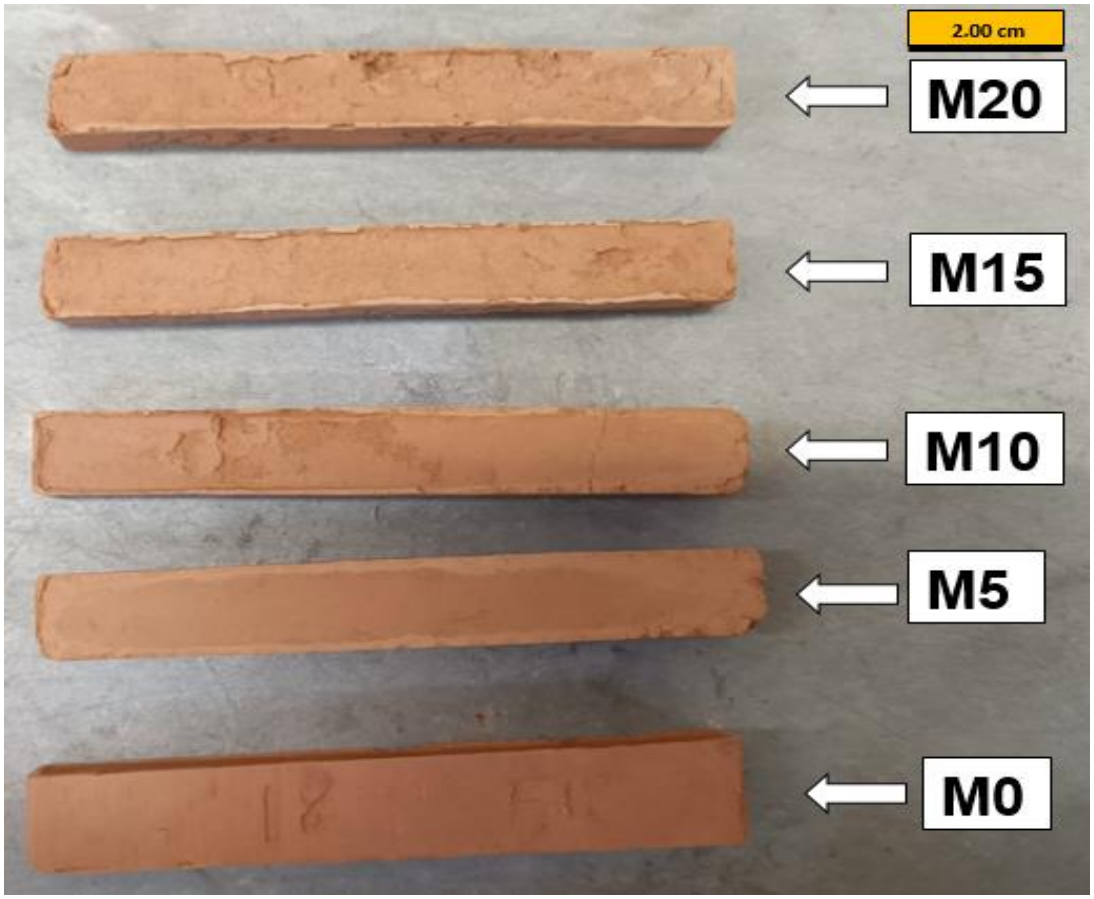


Fonte: Autor, 2023.

Na Figura 25, observa-se que na temperatura de 850°C há poucos defeitos manisfestados pela presença do metacalcário. A coloração avermelhada dos corpos de prova, devido a presença de óxidos de ferro, que caracterizam a insdústria de cerâmica vermelha. Nas formulações para esta temperatura, a diferença entre elas, é quase imperceptível a olho nu. Percebe-se também, que a estética do corpo cerâmico não foi muito afetado pela presença do metacalcário. Fica claro, que nesta

temperatura as reações de decomposição pouco se manifestaram ou se complementaram.

Figura 26 – Formulações queimados à 900°C.



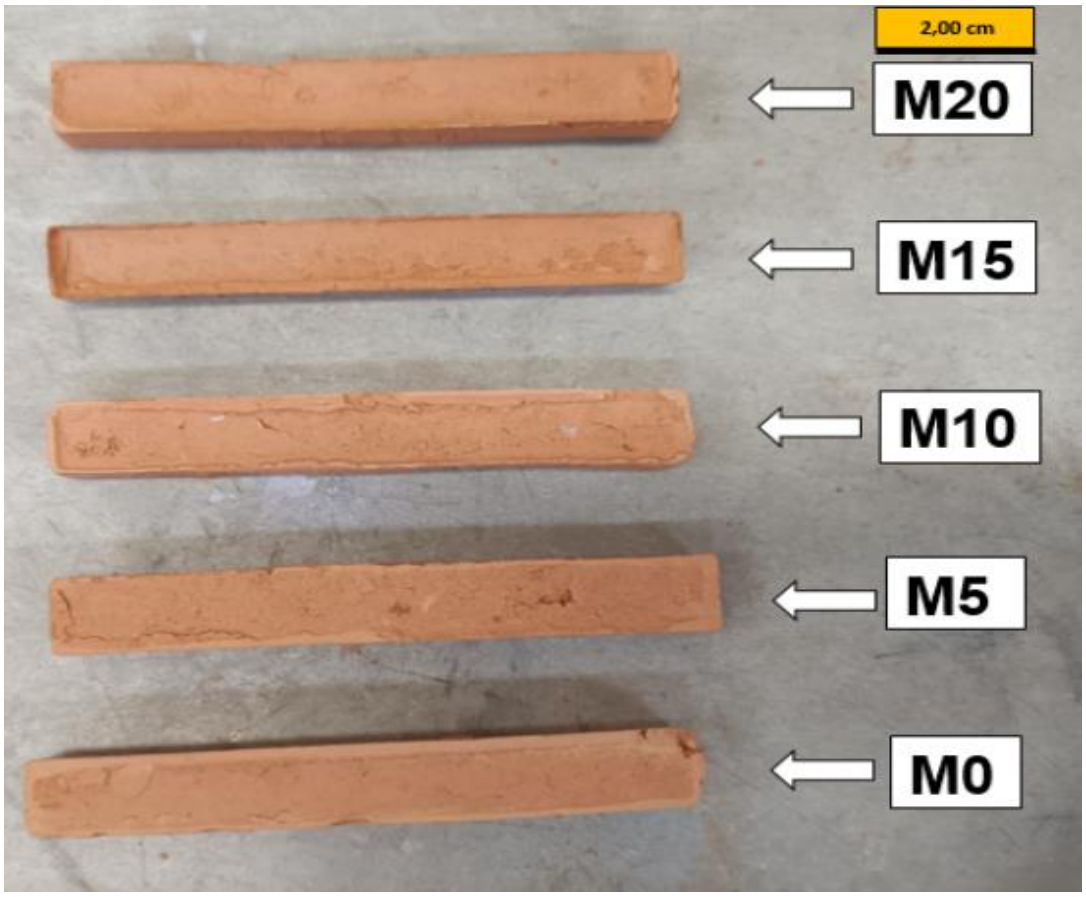
Fonte: Autor, 2023.

Na Figura 26, observa-se que na temperatura de 900°C, as reações de decomposição acontecem de forma mais intensa e completa que na temperatura de 850°C, logo a quantidade de CaO livre é maior provocando estouros na peça pela expansão decorrente da hidratação ocorrida após queima. Além do percentual de teor de metacalcário nas formulações, fica evidenciado a influência danosa do tamanho dos grãos do metacalcário. Se esse tamanho fosse reduzido, haveria uma maior reatividade do metacalcário com os demais componentes da massa argilosa, de forma a atenuar o surgimento de imperfeições que comprometesse de forma significativa a estética do material.

Na figura 27 abaixo, a 950°C, observa-se o surgimento maior de pigmentos brancos e trincas na peça, em relação as amostras analisadas das temperaturas

anteriores. Desta forma, evidencia-se que, com o aumento da temperatura a decomposição dos carbonatos também é maior, logo, aumenta a quantidade referente a surgimento de defeitos na peça.

Figura 27 – Formulações queimados à 950°C.

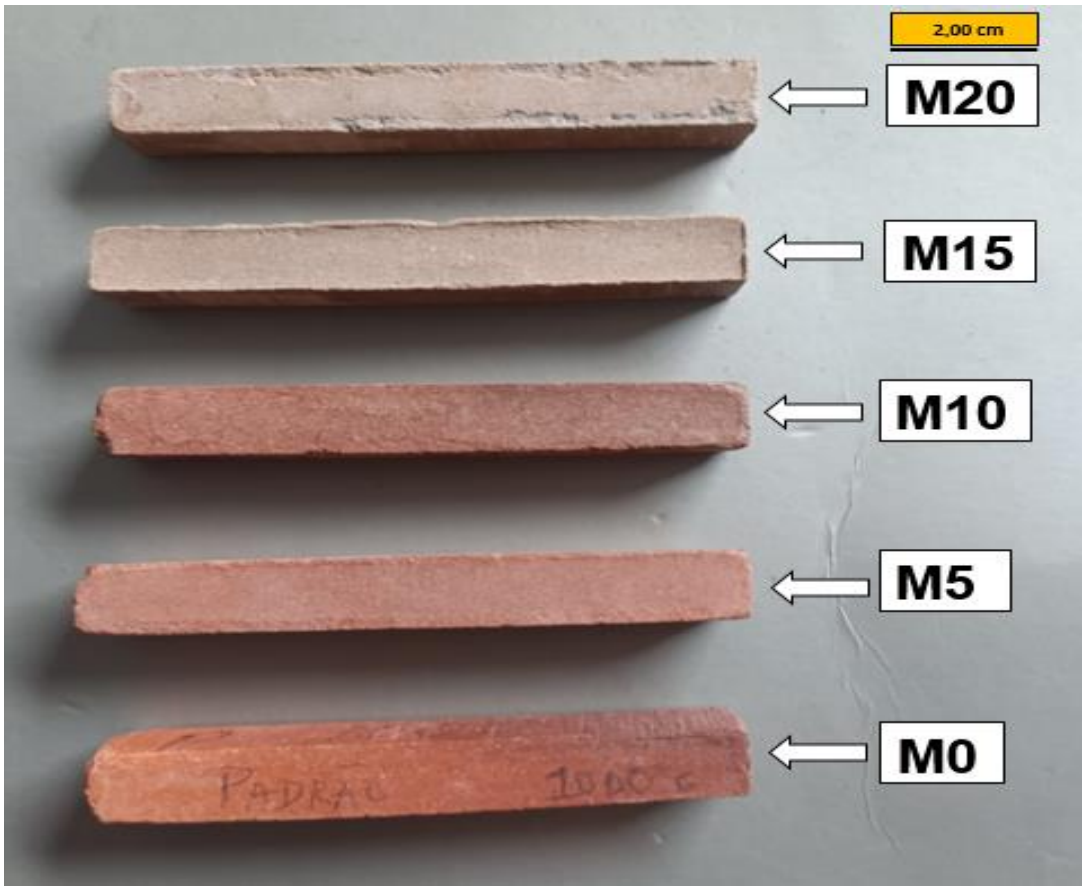


Fonte: Autor, 2023.

Na Figura 28, com copos de prova com queima na temperatura a 1000°C, as reações foram mais completas, foram aquelas onde antigiram os maiores valores de resistência mecânica, observa-se que as trincas aumentaram com a elevação do teor de metacalcário, comprometendo de forma mais intensa a estrutura física das amostras. Acentuaram-se as diferenças entre a tonalidade da amostra padrão e as demais formulações. O aumento da temperatura de queima favoreceu a formação de tonalidade ainda mais clara nas formulações M15 e M20, principalmente.

A cor avermalhada é proveniente da presença do ferro na massa argilosa, o ferro combinado com os carbonatos, forma silicatos duplos de ferro e cálcio (calcita) que propoorciona uma variação da colaração de vermelho claro a bege.

Figura 28 – Formulações queimados à 1000°C.



Fonte: Autor, 2023.

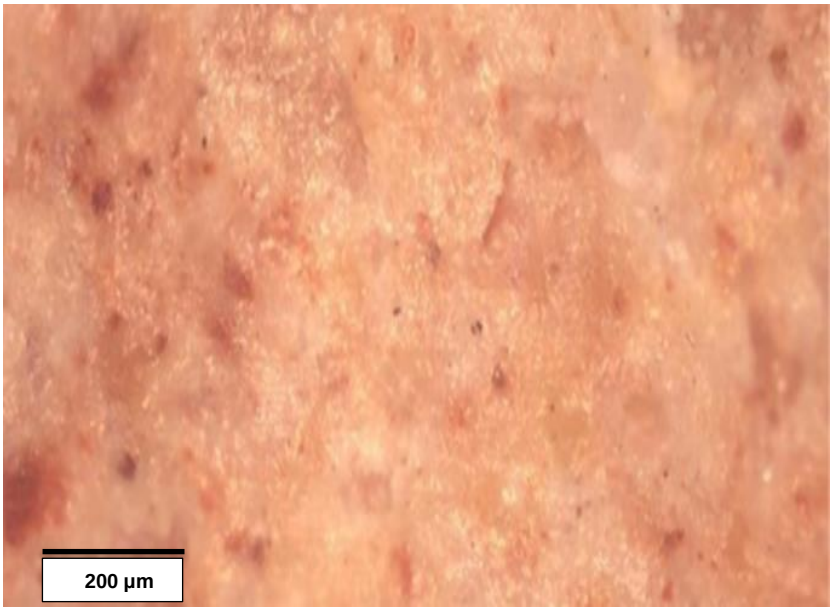
5.3.8 – Análise Microestrutural

A fim de proporcionar uma análise mais objetiva entre as propriedades tecnológicas verificadas nas diferentes formulações, definiu-se a formulação M5 (900°C), apontada como a formulação de grande viabilidade para indústria da cerâmica vermelha, para análise por microscopia óptica com ampliação de 100 (cem) vezes, onde as figuras 29 e 30 mostram uma relação entre as microscopias produzidas pelos corpos de prova da formulação M0 e M5, queimados a 900°C, respectivamente.

Mediante os resultados de TRF, foi analisada a formulação que apresentou a maior resistência, levando em consideração, o fator econômico e escala industrial, sendo assim, selcionamos a formulação M5 na temperatura 900 °C. Onde, com apenas 5% de metacalcário, os efeitos na peça já se revelam bastantes significativos

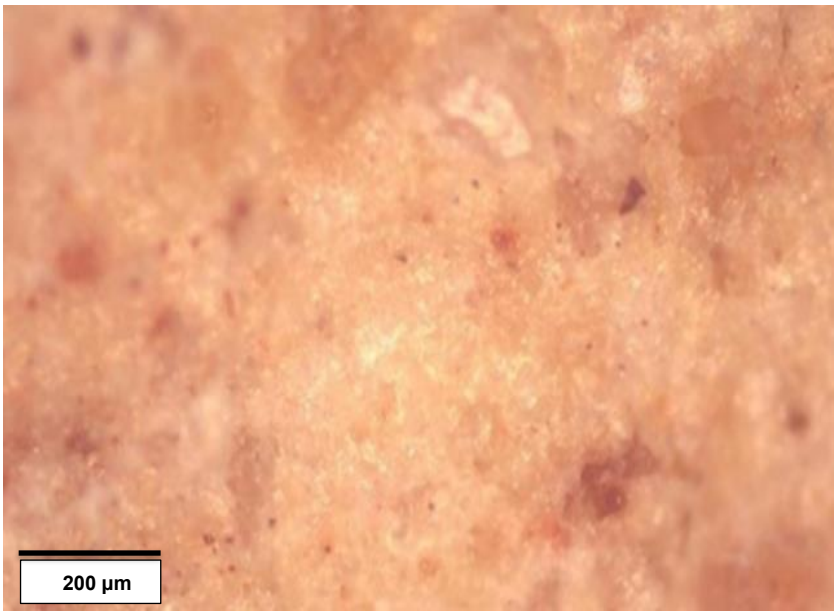
em relação à formulação padrão. Verificou-se uma redução na quantidade e no tamanho dos poros, aumento do brilho vítreo e coloração mais clara. Comprovaram-se, efetivamente, os efeitos positivos do óxido de cálcio resultante da descarbonização da calcita do metacalcário na massa argilosa. O efeito fundente do CaO neste percentual e faixa de temperatura possibilitaram a obtenção de resistência à flexão de 8,89 MPa nas peças.

Figura 29 – Microscopia optica da formulação M0 à 900°C.



Fonte: Autor, 2024.

Figura 30 – Microscopia optica da formulação M5 à 900°C.

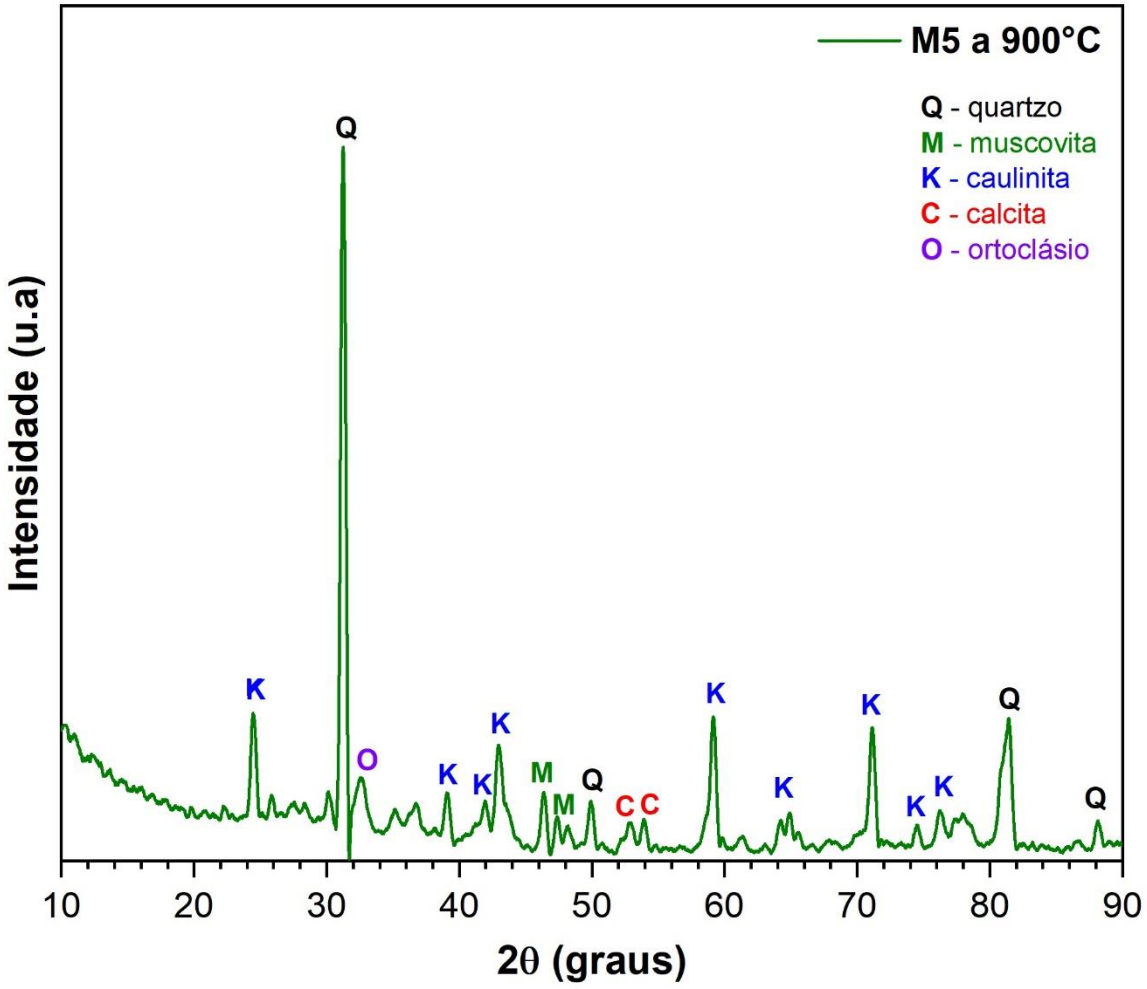


Fonte: Autor, 2024.

5.3.9 – Difração de raio-x (DRX) após queima

A figura 31 apresenta o gráfico com resultado da análise mineralógica por difração de raios-X (DRX) da formulação M5 queimada a 900 ºC.

Figura 31 – Difratograma de raios X da formulação M5 à 900°C.



Fonte: Autor, 2024.

Com a adição do metacalcário à massa argilosa e com a maior participação dos carbonatos nas reações, o CaO, MgO e K2O livres reagem com a sílica e alumina provenientes da fase amorfa formada a partir da decomposição do argilominerais, formando estes silicatos e aluminnossilicatos de cálcio, magnésio e potássio.

O ferro presente na massa argilosa, também pode combinar com os óxidos formando silicatos duplos, porém não foram identificados picos presentes nesta fase cristalina.

Durante a queima o quartzo se dissolve apenas parcialmente e mantém a estrutura do corpo cerâmico, ou seja, com a elevação da temperatura, ocorre maior dissolução do quartzo na fase líquida, e sua combinação com óxido de cálcio (CaO) resultante da decomposição da calcita do metacalcário, reage com os demais constituintes da massa argilosa contribuindo na formação de novas fases. Apresentam pequenos picos de fase cristalina dos carbonatos nas composições do metacalcário, indicando uma maior quantidade de fases amorfas, cuja formação se deve pela desidroxilação dos argilominerais e decomposição do metacalcário. Outros componentes podem ainda ser identificados pela não fusão total dos mesmos, como é o caso da muscovita, caulinita e ortoclásio.

A caulinita, por intermédio da eliminação da água de seus constituintes, dar-se-á origem a uma fase amorfa, denominada metacaulinita. Onde a decomposição da metacaulinita, em altas temperaturas (acima de 900°C) se transforma em espinélio com a saída de sílica amorfa, melhorando diversas propriedades das cerâmicas tradicionais e avançadas. A mais importante característica está relacionada pela baixa expansão térmica, que explica a sua excelêcia resistência ao choque térmico. (MAGLIANO, 2010).

Percebe-se que a esta temperatura ocorreu fusão da muscovita, possibilitando que o potássio promova uma maior formação de fase líquida aumentando assim a resistência mecânica do material cerâmico, como foi verificado nos resultados da TRF. O K_2O que são fundentes e atuam na formação de fase liquida que preenche os vazios na microestrutura do material, contribuindo para a densificação e reduz a porosidade pelo processo de vitrificação.

Verfica-se que não houve a fusão total do ortoclásio nesta temperatura. A massa proveniente desse feldspato potássico não fundiu completamente e agiu como material inerte, ou seja, não contribuiu de forma efetiva na formação da fase líquida responsável pelo adensamento do material cerâmico. O ortoclásio apresnta ponto de fusão acima dos 1000°C e seu comportamento cerâmico ocorre de forma mais progressiva, devido a massa fundida apresentar maior viscosidade e dessa forma possuir os limites térmicos de trabalho relativamente mais amplos.

O difratograma em análise, mostra algumas fases iguais às encontradas nas matérias-primas, pois apresentam ponto de fusão maior que a temperatura de queima (900°C).

6.0 – CONCLUSÕES

Os resultados mostraram que o uso do metacalcário na indústria de cerâmica vermelha é uma alternativa promissora para o aumento da qualidade técnica do produto cerâmico, em especial, o bloco estrutural cerâmico. Além de apresentar os resultados dentro dos padrões estabelcidos pelas legislações vigentes, mostrou-se uma alternativa viável na questão ambiental, pois contribuirá para diminuição dos impactos ambientais, principalmente os relacionados na mitigação do fornecimento das matrizes energéticas necessárias para o processo de queima convencional, largamente utilizado nas indústrias de cerâmica vermelha.

As matérias-primas apresentaram uma boa distribuição granulométrica que ofereceram um nível admissível de empacotamento das partículas das formulações na fase de conformação, portanto, uma boa resistência inicial após secagem, o que é fudamental para que a peça suporte as demais etapas do processamento cerâmico. A plasticidade da argila vermelha configurou-se em excessivamente plástica, enquanto as amostras com adição de metacalcário variou entre excessivamente plástica a regular, respectivamente, conforme elevação do teor de metacalcário nas formulações.

Os dados das retrações lineares, após secagem das amostras cerâmicas, mostraram que todas as formulações não apresentarma oscilações significativas, ficando dentro da variação razoável. Na retração de queima ficou dentro do padrão aceitável exigido pela as normativas vigentes, na sua grande maioria, em todas as formulações e temperaturas analisadas.

Ressalta-se que todos os resultados encontrados para absorção de água estão em consonância com as normas vigentes regulamentadas pela ABNT para blocos estruturais. A porosidade aparente diminui com a elevação da temperatura e aumenta com o acréscimo do teor de metacalcário na massa argilosa, causado pelo aprisionamento dos gases resultante da descabonização da calcita. A perda ao fogo das formulações variou dentro do estabelecido pelas as normas vigentes, sendo que a medida elevou-se com a inserção dos carbonatos na massa argilosa, pois devido a pureza da calcita, obtiveram os maiores valores para esta propriedade.

As análises química, mineralógica e térmica mostraram que a massa argilosa é composta de argilas fundentes de queima vermelha com alto teor do

argilomineral caulinita, ou seja são argilas típicas aplicadas na fabricação de produtos cerâmicos de vedação e estrutural. O metacalcário apresenta o maior teor de pureza de carbonato calcítico (calcita).

A resistência mecânica das formulações foi sensivelmente afetada com o aumento da concentração de metacalcário e com elevação da temperatura. A granulometria e a decomposição do metacalcário durante a queima ocasionam alguns defeitos na peça, como fissuras e trincas, que diminuem os valores da TRF dos corpos de prova. As formulações M5 em todas as temperaturas apresentaram valores superiores, se comparados com a formulação padrão, também, em todas as temperaturas. O melhor resultado foi verificado na formulação M5 a 900°C onde foi encontrado a resistência de 8,89 Mpa, ou seja, o aumento significativo de 122% em comparação com a resistência mínima estabelecida para bloco estrutural pela ABNT NBR 15270-1:2017 (4,00 Mpa ou 40 kg/cm²).

Conclui-se que, analisando a granulometria utilizada neste trabalho, os resultados da AA, PF, PA, macroestrutural (estética) e pricinpalmente o TRF das amostras queimadas, há viabilidade da utilização das matérias-primas apresentadas e analisadas na indústria de cerâmica estrutural. Contudo, ressalta-se a importância de se buscar mecanismos e estudos que possam diminuir a granulometria da massa argilosa, a fim de minimizar os danos na estética do produto final que o metacalcário possa atuar.

REFERÊNCIAS

ABCERAM, A. B. Informações Técnicas: processos de Fabricação. 2020. Disponível em: http://abceram.org.br/processo-de-fabricacao/. Acesso em: 24 nov. 2020.

ALMEIDA, K. S. **Análise da incorporação de resíduo de serragem de granito em formulações de cerâmica vermelha.** Dissertação de Mestrado, PPGEM, IFPI, Piauí, 2015.

ALMEIDA (1), K. S.; OLIVEIRA (2), Y. L.; ANCELMO (2), L.; SOARES (2), R. A. L.; **Panorama da Indústria Cerâmica Vermelha no Piauí** In: 58° CONGRESSO BRASILEIRO DE CERAMICA, Bento Gonçalves, RS, BRASIL, 2014. Anais... São Paulo, ABCERAM, 2014, p.01-02.

ANICER. Associação Nacional da Indústria Cerâmica. 2020. Disponível em: http://anicer.com.br/. Acesso em: 10 dez. 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459: Solo - Determinação do limite de liquidez**. Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502: Rochas e solos - Terminologia**. Rio de Janeiro, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7180: Solo – Determinação do limite de plasticidade**. Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181: Solo – Análise granulométrica**. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15270-2: Componentes cerâmicos – Blocos e tijolos para alvenaria – Métodos de ensaios.** Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16868-3: Alvenaria estrutural – Métodos de ensaios**. Rio deJaneiro, 2020.

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

AZEREDO, NEILA GONDIM DE. **Avaliação das propriedades físicas de mecânicas em blocos cerâmicos estruturais através do método de ultrassom na região de Campos de Goytacazes/RJ.** 2015. Xv, 154f. : il. Tese de Doutorado em Engenharia Civil. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Araújo. Centro de Ciências e Tecnologia.Laboratório de Engenharia Civil. 2015.

BACCELLI JR., G. **Avaliação do Processo Industrial da Cerâmica Vermelha na Região do Seridó –RN**. 2010. 200f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) –

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2010

CÂMARA, C. F.; GOMES, U. U.; **Estudo sobre o comportamento do bloco cerâmico "híbrido" para edificações em alvenaria estruturais.** PPgCEM, Universidade Federal do Rio Grande do Norte/UFRN, 2016.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma Introdução.** Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora-LTC, 2016.

CAPUTO, H. P. **Mecânica dos solos e suas aplicações**. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1988.

CARVALHO, C. D.; REZENDE, E. S.; BROD, E. R., VALE, J. A. R. **Geologia e recursos minerais da folha bom jardim SC. 23-X-D-II: estados do Piauí e Bahia**. CPRM, Teresina, 2017.

CAVALHEIRO, O. P.; ROMAN, H. R.; SINHA, B. P.; PEDRESCHI, R. F. **Curso internacional de alvenaria estrutural.** [S.l.]: Universidade Federal de Santa Maria, 1997. 145 p.

CEPRO. **Diagnóstico do setor mineral piauiense.** Teresina: Governo do Estado do Piauí, 2008.

DA SILVA, L. J. M. D.; APOLÔNIO, T. G.; SALVIANO, A. F.; TAVEIRA, S. K. A.; GARCIA, T. G. C.; SILVA, J.; LUNA, P. A.; MACEDO, R. S. **Analise preliminar em uma massa argilosa visando a produção de blocos cerâmicos: propriedades físicos-mecânicas.** Universidade Federal de Campina Grande/PB. **22° CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – Natal/RN.** 2016.

DO BRASIL, CPRM-SERVIÇO GEOLÓGICO**. Mapa geológico do estado do Piauí**. CPRM, 2006.

DONDI, M. **Caracterização Tecnológica dos Materiais Argilosos: Métodos Experimentais e Interpretação dos Dados. Revista Cerâmica Industrial**, v.11 nº3, Maio/Junho, p. 36-40, 2006.

FERREIRA, G. C.; OLIVEIRA, C.C. **Caracterização física de materiais argilosos em uso nas olarias da região de Rio Claro (SP) visando sua utilização na fabricação de produtos cerâmicos** In: 56° CONGRESSO BRASILEIRO DE CERAMICA, Curitiba, PR, 2012. Anais... São Paulo, ABC, 2014, p.24-35.

MAIA. F. S. **Avaliação de massas cerâmicas, processamento e propriedades dos produtos de cerâmica vermelha do pólo cerâmico de campos dos Goytacazes/RJ.** 2012. xiii, 97f. : il. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Araújo. Centro de Ciências e Tecnologia.Laboratório de Materiais Avançados. 2012.

MAGLIANO, M. V. M.; PANDOLFELLI, V. C., **Mulitização em refratários utilizando diferentes fontes precursoras – revisão**, Revista Cerâmica vol.56 n°.340 São Paulo, 2010.

MELCHIADES, F. G.; SILVA, L. L.; QUINTEIRO, E.; ALBERS, A. P. F.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O. **Alternativas para eliminar (ou reduzir) os furos no esmalte ausadospor partículas de calcário em revestimentos fabricados por via seca.** Cerâmica industrial, vol. 6,n. 1, p. 7-14, jan./fev. 2001.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL JR., M.; TANNO, L. C. e CUCHIERATO, G. (2004). **As matérias-primas plásticas para a cerâmica tradicional: argilas e caulins.** Cerâmica Industrial, vol.9, n.2, p.33-46. 2004.

MOTTA, J. F. M.; CABRAL, JR., M.; ALMEIDA, A. S.; TANNO, L. C. **Argilas para cerâmicas vermelhas.** Rochas e minerais industriais – CETEM/2005**.** São Paulo. 2005.

OLIVEIRA, J. C. S.; LIRA, B. B.; YADAVA, Y. P.; SILVA, C. M. M.; SANTOS, T. W. G. **Importância do carbonato de cálcio na fabricação de tijolos.** Cerâmica industrial, vol. 16, n. 5-6, p. 34-38, set./dez. 2011.

OLIVEIRA, Y. L. **Estudo da reutilização de resíduos de telha cerâmica (chamote) em formulação de massa para blocos cerâmicos.** Dissertação de Mestrado, PPGEM, IFPI, Piauí, 2015.

PEREIRA, Armando Arruda. **Indústria cerâmica: tratado prático elementar**. 2ª ed. São Paulo, Livraria Martins Editora. 1953.

PFALTZGRAFF, P. A. S.; TORRES, F. S. M.; BRANDÃO, R. L. **Geodiversidade do estado do Piauí**. CPRM, Recife, 2010.

RIBEIRO. G. P. **Caracterização geoquímica e tecnológica o metacalcário da Mina Taboca em Itaú de Minas/MG**. xviii, 111f. : il. 2009. Dissertação tese de Mestrado. Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Geologia. Programa de Pós-graduação em Evolução Crustal e Recursos Naturais.

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

RORIGUES, JESSICA DA SILVA; MATUTI, BRUNA BARBOSA. **Alvenaria estrutural e sua aplicação dentro da construção civil.** Revista científica multidisciplinar núcleo do conhecimento. Ano 03, Ed. 11, Vol. 08. 2018.

SANTOS, G. R.; MELCHIADES, F. G.; BOSCHI, A. O. **Desenvolvimento de uma metodologia para o acompanhamento da evolução do amadurecimento de englobesdurante a queima.** Cerâmica industrial, vol.12, n. 5, p. 22-27, set./out. 2007.

SANTOS, L. M. N. **Apostila de Ensaios Preliminares.** Escola SENAI “Armando Arruda Pereira”.São Paulo, Brasil. 1989.

SANTOS, P. J. L. e Silva. **Efeito da adição de metacalcário e talco como fundentes em formulação de massa para revestimento cerâmico.** Dissertação de Mestrado, PPGEM, IFPI, Piauí, 2021.

SEBRAE, Sistema de Inteligência de Mecardos – SIM. **Boletim de Inteligência** (Dezembro/2015). Disponível em: http://www.sebraemercados.com.br/construçãocivil. Acesso em: 09 fev. 2022.

SENAI, Departamento Regional do Piauí - Centro de Tecnologia da Cerâmica "Wildson Gonçalves". **Tecnologia em cerâmica vermelha: processo de fabricação.** Teresina, Brasil, 2010.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais.** Porto Alegre: Bookman, 2012.

SILVA, P. F. F. **Análise quantitativa de fases em matérias-primas cerâmicas: desenvolvimento e validação de software com programação em Matlab adequada ao método de análise racional UFSC**. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Teresina.

SOARES, R. A. L. **Influência do teor de calcário no comportamento físico, mecânico e microestrutural de cerâmicas estruturais**. Tese (Mestrado) – 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**. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2010.

SOARES, R. A. L.; CASTRO, R. G. S.; NASCIMENTO, R.M. **Comparação do desempenho da adição de carbonatos calcítico e dolomítico em massa cerâmica de revestimento queimada em forno industrial.** Cerâmica industrial, vol. 20, n. 5-6, p. 16-24, set./dez. 2016.

SOUZA S. P., **Ciência e tecnologia de argilas**, vol. 2. 2ª ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1992.

TAUIL, C. A. ; NESSE, F. J. (2023). ***Alvenaria Estrutural.*** 2ª Ed. Editora: BLUCHER. São Paulo, 2023. 314p.