

## PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DAS ARGILAS DO ESTADO DA PARAÍBA – VARIAÇÃO DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO E DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO

I. P. Brito<sup>1\*</sup>, E. P. Almeida<sup>1</sup>, G. A. Neves<sup>1</sup>, L. N. L. Santana<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia dos Materiais, Av. Aprígio Veloso - 882, 58109-970, Campina Grande – PB.

<sup>1\*</sup>igor\_pbrito@hotmail.com

### RESUMO

*Este trabalho teve por objetivo estudar a influência da pressão de compactação e da temperatura de sinterização sobre as propriedades físico-mecânicas de argilas. Foram preparados corpos de prova por prensagem uniaxial, 13 e 26 MPa, estes foram secos à 110 °C, e submetidos a queima nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1150 °C. Posteriormente, foram determinadas as propriedades físico-mecânicas: retração linear de queima, absorção de água, densidade aparente, porosidade aparente e módulo de ruptura à flexão. Os resultados experimentais indicaram que a pressão de compactação e a temperatura de sinterização influenciaram as propriedades tecnológicas das argilas. A retração linear de queima não apresentou variação significativa com o aumento da pressão de compactação, quanto a temperatura de sinterização observou-se melhoria das propriedades acima de 950 °C. As melhores propriedades foram observadas para a argila com a maior quantidade de fração abaixo de 2,0µm.*

**Palavras-chave:** Argilas, prensagem, queima.

### INTRODUÇÃO

As variáveis que governam o processo industrial incluem: pressão de moldagem, temperatura de queima e tempo de permanência na temperatura máxima <sup>(1)</sup>. No processamento cerâmico, a etapa de conformação é fundamental, uma vez que é nesta que o material adquire a forma e características estruturais pretendidas

(2), um dos métodos de conformação muito empregado na indústria cerâmica é o de prensagem. O referido processo consiste na aplicação de uma pressão em material pulverizado confinado no interior de uma matriz rígida ou móvel. As partículas das matérias-primas (aglomerados) são comprimidas até um menor volume possível, por meio de uma pressão exercida, obtendo-se um empacotamento das partículas, portanto, é fundamental avaliar a influência da pressão de compactação.

Nos últimos anos diversas pesquisas (3-7) têm sido realizadas objetivando estudar as propriedades físico-mecânicas das argilas em função da temperatura de sinterização. Entretanto, poucos estudos (8-11) têm sido desenvolvidos acerca da influência da pressão de compactação nas propriedades físico-mecânicas das argilas.

Neste contexto, esta pesquisa tem como objetivo analisar o efeito da pressão de compactação e da temperatura de sinterização sobre as propriedades físico-mecânicas de argilas.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

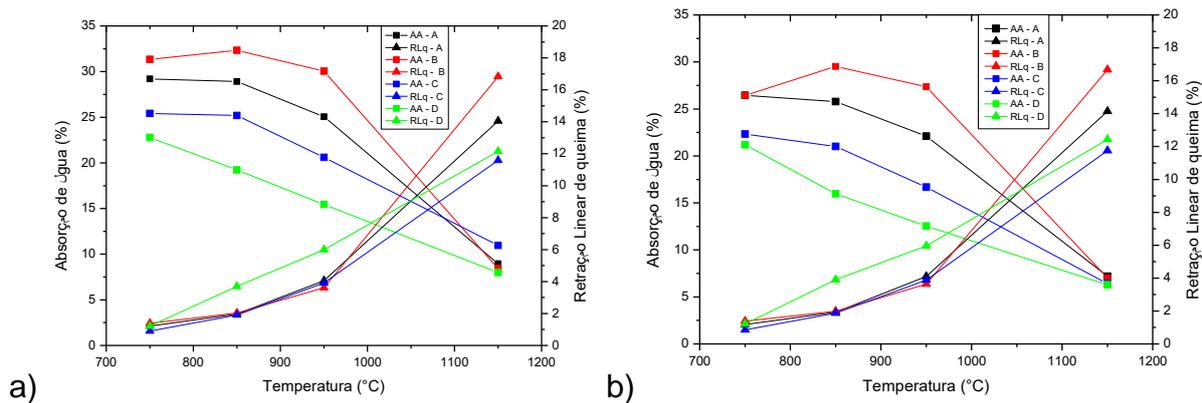
Foram utilizadas quatro argilas oriundas do município paraibano de Cubati, PB. As argilas foram denominadas A, B, C e D. As caracterizações químicas e granulométricas das argilas já foram apresentadas em trabalho publicado na revista cerâmica (12).

As matérias-primas foram secas em estufa a 110 °C por 24 h. Para a conformação foi adicionado um teor de umidade de 7,0% do peso total, em seguida, a massa foi homogeneizada em moinho de bolas por 24 h e armazenada por mais 24 h. As massas foram conformadas por prensagem uniaxial (Servitech CT-335), aplicando-se pressões de 13 e 26 MPa, dimensões (7,0 x 15,0 x 50,0) mm. Após a conformação, os corpos de prova foram secos em estufa a 110 °C por 24 h, e em seguida foram sinterizados em forno (Flyever FE 50 RP) a 750, 850, 950 e 1150 °C com taxa de aquecimento 2 °C/min, patamar de 2 h na temperatura máxima de queima. Após a queima foram determinadas as seguintes propriedades físico-mecânicas dos corpos de prova: retração linear de queima (RLq), absorção de água (AA), densidade aparente (DAp), porosidade aparente (PA) por método de Arquimedes e módulo de ruptura à flexão em três pontos (MRF), utilizando o equipamento SHIMADZU AG-X 50 kN.

O ensaio dilatométrico foi realizado em um dilatômetro fabricado pela BP ENGENHARIA modelo RB 3000, os corpos de prova foram analisados com as seguintes dimensões 7,0 x 7,0 x 50,0 mm.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta as curvas de gresificação obtidas para as argilas A, B, C e D nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1150 °C.



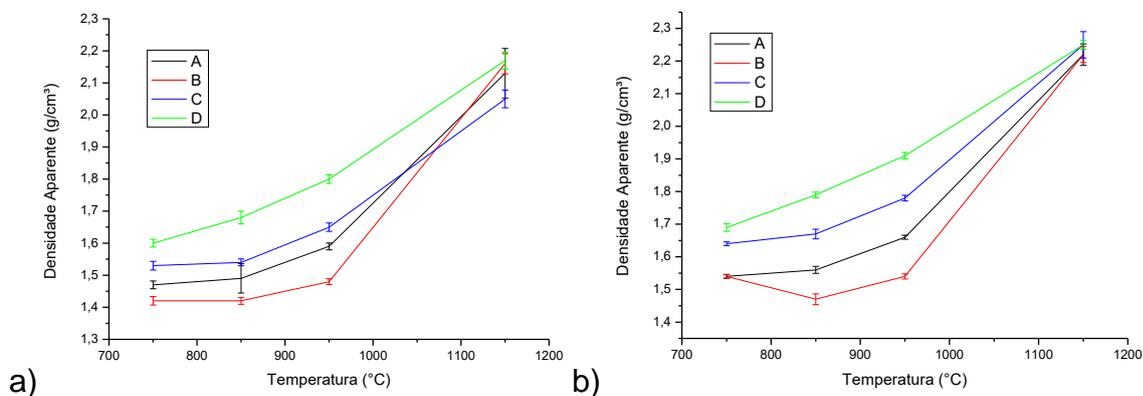
**Figura 1** – Curvas de gresificação dos corpos de prova após queima, (a) pressão de 13 MPa e (b) 26 MPa.

Observa-se que a retração linear das argilas compactadas tanto na pressão de 13 quanto de 26 MPa aumentam na mesma proporção com o aumento da temperatura de sinterização. Este comportamento, possivelmente, está relacionado ao maior grau de sinterização e densificação, provocado por mudanças físicas e redução do volume dos corpos de prova. A argila que apresentou maior retração até 950 °C foi a D, de acordo com a caracterização das argilas <sup>(12)</sup>, essa possui maior quantidade de óxidos fundentes, que favorece a formação da fase líquida e maior densificação. Em trabalhos realizados por outros pesquisadores <sup>(13,14)</sup>, que estudaram as propriedades físico-mecânicas de massas para a fabricação de produtos de cerâmica tradicionais, também foi observado um aumento da retração linear a medida que a temperatura de sinterização aumentou. Segundo Sousa e Holanda (2005)<sup>(13)</sup>, este fato possivelmente está relacionado ao aumento de fase líquida que irá preencher progressivamente os poros abertos, e conseqüentemente provocar uma maior aproximação entre as partículas, resultando em retração dos corpos cerâmicos a medida que se aumenta a temperatura de sinterização.

Quanto a pressão de compactação, com o aumento desta, não foi observado uma variação da retração linear, o mesmo comportamento foi observado em trabalhos realizados por Abadir et al., (2002)<sup>(8)</sup> que estudaram as matérias-primas egípcias aplicando pressões de compactação de 35 a 55 MPa. Pérez et al., (2012)<sup>(9)</sup> também analisaram o comportamento de massas cerâmicas utilizadas na fabricação de porcelanas quando submetidas a diferentes pressões de compactação e o mesmo desempenho foi observado quando do aumento de 30 para 40 MPa.

Constata-se que o teor de absorção de água diminui com o aumento dos dois parâmetros (pressão de compactação e temperatura de sinterização). Este fato está relacionado com a diminuição dos poros decorrente do aumento de pressão e o seu preenchimento devido à fusão dos óxidos fundentes presente nas massas cerâmicas, o que acarreta a redução da porosidade. Outros pesquisadores<sup>(8,9)</sup> também observaram uma diminuição de absorção de água a medida que os corpos de prova eram submetidos ao aumento da pressão de compactação ou ao aumento da temperatura de sinterização, os quais relacionam esse efeito a alta densificação.

A Figura 2 apresenta os valores de densidade aparente após queima das argilas A, B, C e D nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1150 °C.

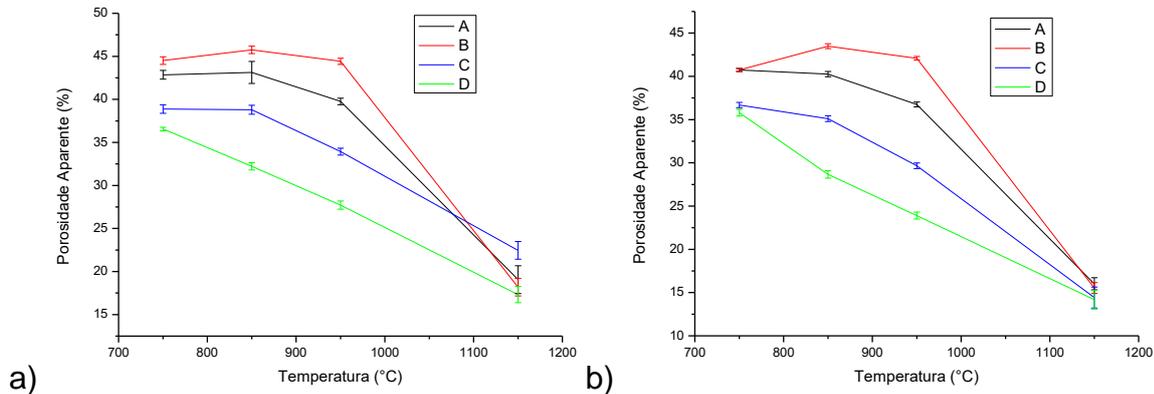


**Figura 2** – Densidade aparente dos corpos de prova após queima, (a) pressão de 13 MPa e (b) 26 MPa.

Observa-se que, quando a argila é submetida a uma pressão de compactação maior a densidade aparente aumenta, provavelmente, devido às partículas ficarem mais próximas uma das outras, melhorando o empacotamento. Também é observado na Figura 2 que, quando a temperatura de queima aumenta a densidade aparente da argila também aumenta, o que pode estar relacionado com a formação da fase líquida que, durante o processo de sinterização, penetra nos poros

existentes, densificando o material. A argila D, com maior teor de fundente, apresentou maior densidade para todas as temperaturas de sinterização, seguida da argila C, com maior quantidade de fração abaixo de 2,0µm.

A Figura 3 mostra os valores obtidos para porosidade aparente após queima das argilas A, B, C e D nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1150 °C.



**Figura 3** – Porosidade aparente dos corpos de prova após queima, (a) pressão de 13 MPa e (b) 26 MPa.

Observa-se que a porosidade aparente das argilas estudadas diminuiu tanto com o aumento da pressão de compactação quanto ao aumento da temperatura de sinterização. A porosidade aparente dos corpos de prova foi maior para a argila B e menor para a argila D, este resultado esta coerente com os apresentados anteriormente.

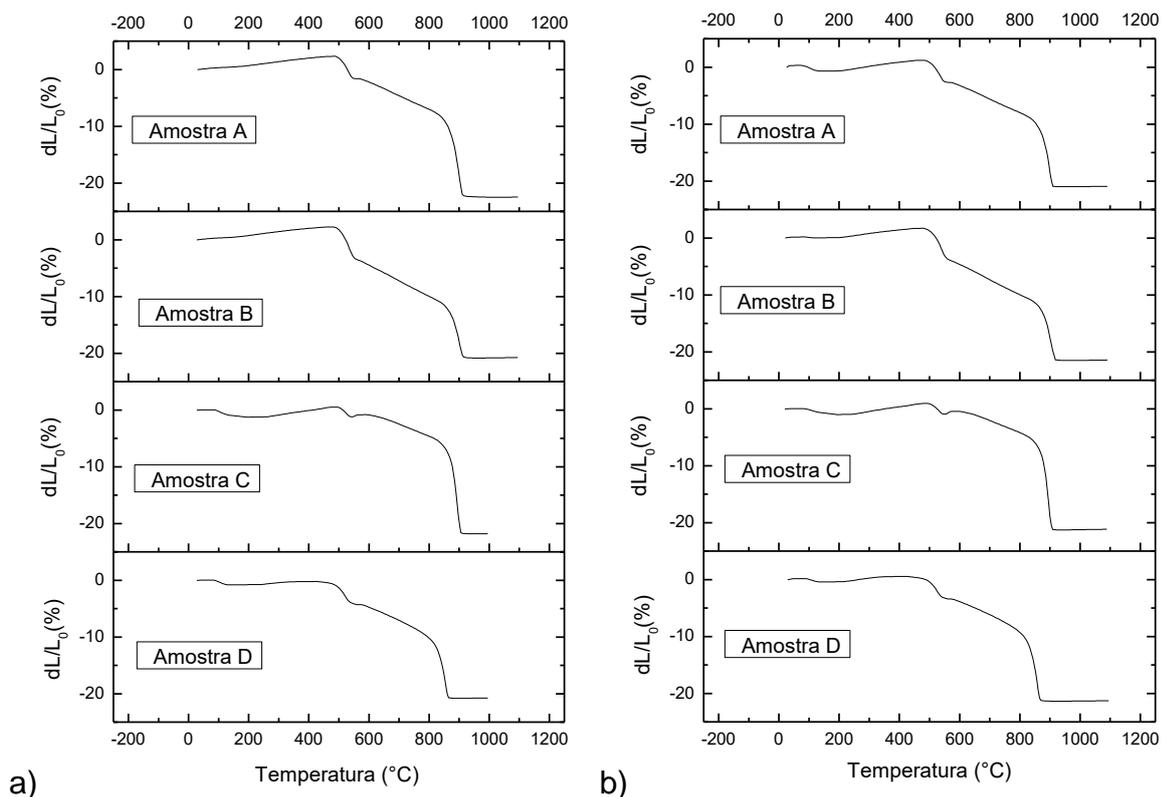
A Tabela I apresenta os valores obtidos para módulo de ruptura à flexão após a queima das argilas A, B, C e D a 750, 850, 950 e 1150 °C.

**Tabela I** – Módulo de ruptura à flexão (MPa) após queima a 750, 850, 950 e 1150°C.

Amostras/ Temperatura (°C)	750	850	950	1150	
13 MPa	A	1,51 +/- 0,14	3,14 +/- 0,47	5,99 +/- 0,61	8,98 +/- 3,04
	B	2,88 +/- 0,31	4,52 +/- 0,35	7,37 +/- 0,49	15,15 +/- 4,93
	C	1,27 +/- 0,15	3,71 +/- 0,37	5,97 +/- 0,65	10,41 +/- 1,82
	D	0,94 +/- 0,13	2,36 +/- 0,28	2,95 +/- 0,38	12,47 +/- 1,17
26 MPa	A	2,74 +/- 0,17	5,64 +/- 0,55	10,57 +/- 0,94	11,21 +/- 2,05
	B	3,71 +/- 0,17	6,45 +/- 0,48	11,35 +/- 0,85	21,45 +/- 6,66
	C	2,90 +/- 0,42	8,23 +/- 0,50	13,08 +/- 0,90	16,62 +/- 3,55
	D	2,53 +/- 0,40	5,65 +/- 0,54	6,96 +/- 0,61	14,09 +/- 1,69

Como pode ser visto pela Tabela I, o módulo de ruptura à flexão das argilas aumenta de acordo com o aumento da pressão de compactação e da temperatura de sinterização. Isto está relacionado com a compactação e com o aumento da densidade aparente das massas cerâmicas. Pode-se observar que, para a pressão de 26 MPa as argilas B e C revelaram os melhores desempenhos mecânicos, comparando com as propriedades química e granulométrica, observa-se que estas argilas apresentaram as maiores relação  $Al_2O_3/SiO_2$ , distribuições granulométricas mais largas e os menores diâmetro médio de partículas. Esses são os fatores chaves para a compactação e densificação das partículas, impulsionando as propriedades físico-mecânicas.

A Figura 4 ilustra o comportamento dilatométrico dos corpos de prova obtidos com as argilas A, B, C e D.



**Figura 4** – Dilatometria das argilas A, B, C e D para as pressões de compactação de: (a) 13 MPa e (b) 26 MPa.

Durante o aquecimento de materiais cerâmicos ocorrem diversas reações termicamente ativadas, essas são afetadas pela composição química, granulometria, temperatura e tempo de queima. No início do aquecimento pode-se observar que houve dilatação, até aproximadamente a temperatura em torno de 500 °C. Esse

fenômeno pode estar relacionado à expansão individual das partículas que constituem o corpo verde <sup>(15)</sup>. Posteriormente observou-se uma retração, na faixa da temperatura de 500 a 560 °C, provavelmente devido a inversão do quartzo de  $\alpha$  para  $\beta$ . Entre 560 e 860 °C a retração esta relacionada também, com a perda das hidroxilas (OH) do material argiloso.

## CONCLUSÕES

Neste trabalho foram analisadas as propriedades físico-mecânicas de quatro argilas do estado da Paraíba, estas foram submetidas aos seguintes parâmetros de conformação: pressões de compactação (13 e 26 MPa) e temperaturas de sinterização (750, 850, 950 e 1150 °C). Pode concluir-se que, as propriedades físico-mecânicas das argilas variaram com a pressão de compactação, sendo a retração linear de queima, a única das propriedades que não apresentou variação significativa, quanto a temperatura de sinterização observou-se melhoria das propriedades acima de 950 °C; a argila com a maior quantidade de fração abaixo de 2,0  $\mu\text{m}$  foi a que apresentou maior resistência à flexão e a argila com maior quantidade de fundentes foi a que apresentou maior retração e densidade. As argilas apresentaram a mesma curva dilatométrica para as duas pressões de compactação.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES e ao CNPq pelo auxílio financeiro e ao LTM pelo suporte para a realização do trabalho experimental.

## REFERÊNCIAS

- (1) PÉREZ, J. M.; ROMERO, M. Microstructure and technological properties of porcelain stoneware tiles moulded at different pressures and thicknesses. *Ceram. Int.*, v. 40, p. 1365–1377, 2014.
- (2) FREITAS, C. S. R.; PEREIRA, Í. A. F. S.; PEREIRA, M. L. G.; SIMÕES, T. C. R.; FERREIRA, A. A. L. Influência de Diferentes Processos de Conformação nas Características Finais de Produtos Cerâmicos. *Ceram. Ind.*, v. 14, p. 15-18, 2009.
- (3) BHATTACHARYYA, S.; SNEHESH, T. S. Effect of cobalt oxide additive on the fired properties of tri-axial ceramic. *Ceram. Int.*, v. 41, p. 61-67, 2015.
- (4) SILVA, A. L.; FELTRIN, J.; BÓ, M. D.; BERNARDIN, A. M.; HOTZA, D. Effect of reduction of thickness on microstructure and properties of porcelain stoneware tiles. *Ceram. Int.*, v. 40, p. 14693-14699, 2014.

- (5) LIU, T.; LI, X.; GUAN, L.; LIU, P.; WU, T.; LI, Z.; LU, A. Low-cost and environment-friendly ceramic foams made from lead–zinc mine tailings and red mud: Foaming mechanism, physical, mechanical and chemical properties. *Ceram. Int.*, v. 42, p. 1733-1739, 2016.
- (6) LERDPROM, W.; CHINNAM, R. K.; JAYASEELAN, D. D.; LEE, W. E. Porcelain production by direct sintering. *J. Eur. Ceram. Soc.*, v. 36, p. 4319-4325, 2016.
- (7) RAMESH, S.; JEFFREY, C. K. L.; TAN, C. Y.; WONG, Y. H.; GANESAN, P.; RAMESH, S.; KUTTY, M. G.; CHANDRAN, H.; DEVARAJ, P. Sintering behaviour and properties of magnesium orthosilicate-hydroxyapatite ceramic. *Ceram. Int.*, v. 42, p. 15756–15761, 2016.
- (8) ABADIR, M. F.; SALLAM, E. H.; BAKR, I. M. Preparation of porcelain tiles from Egyptian raw materials. *Ceram. Int.*, v. 28, p. 303-310, 2002.
- (9) PÉREZ, J. M.; RINCÓN, J. M.; ROMERO, M. Effect of moulding pressure on microstructure and technological properties of porcelain stoneware. *Ceram. Int.*, v. 38, p. 217-225, 2012.
- (10) SHU, Z.; GARCIA-TEN, J.; MONFORT, E.; AMOROS, J. L.; ZHOU, J.; WANG, Y. X. Cleaner production of porcelain tile powders. Fired compact properties. *Ceram. Int.*, v. 38, p. 1479–1487, 2012.
- (11) OLIVEIRA, H. A.; NASCIMENTO, L. C.; MACEDO, Z. S.; OLIVEIRA, R. M. P. B. Avaliação da Umidade de Granulação na Prensagem de Massas para Placas Cerâmicas de Revestimento Semi-Poroso. *Ceram. Ind.*, v. 20, p. 13-17, 2015.
- (12) BRITO, I. P.; ALMEIDA, E. P.; NEVES, G. A.; MENEZES, R. R.; SILVA, V. J.; SANTANA, L. N. L. Avaliação de novos depósitos de argilas do Estado da Paraíba visando sua aplicação como matérias-primas cerâmicas. *Cerâmica*, v. 61, p. 391-398, 2015.
- (13) SOUSA, S. J. G.; HOLANDA, J. N. F. Avaliação das propriedades físico-mecânicas de uma massa cerâmica para revestimento poroso (BIII). *Cerâmica*, v. 51, p. 70-76, 2005.
- (14) CELIK, H. Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry. *Appl. Clay Sci.*, v. 50, p. 245-254, 2010.
- (15) MARINO, L. F. B.; BOSCHI, A. O. A Expansão Térmica de Materiais Cerâmicos Parte I: Introdução, Aplicações e Composição da Massa. *Ceram. Ind.*, v. 3, p. 17-21, 1998.

**PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF PARAÍBA STATE CLAY -  
VARIATION OF MOULDING PRESSURE AND SINTERING TEMPERATURE.**

**ABSTRACT**

The aim of this study was analyse the influence of compaction pressure and the sintering temperature on the physico-mechanical properties of clays. Specimens were prepared by uniaxial pressing, 13 and 26 MPa, these were dried at 110 ° C, and subjected to firing at temperatures of 750, 850, 950 and 1150 ° C. The following physical and mechanical properties were studied: firing linear shrinkage, water absorption, bulk density, porosity and flxural modulus of rupture. The experimental results indicated that the compaction pressure and the sintering temperature influence the technological properties of the clays. The linear shrinkage was the property that did not change significantly with increasing compaction pressure, therefore, to the sintering temperature was observed improvement properties when these were firing above 950 °C. The best properties were observed for the clay with the highest amount fraction below 2,0µm.

Keywords: Clays, pressing, firing.