

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO
DE ROCHA ORNAMENTAL NAS PROPRIEDADES DE
PORCELANA ELÉTRICA ALUMINOSA**

MYRIAN APARECIDA SILVA

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY
RIBEIRO – UENF**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JULHO DE 2009**

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO
DE ROCHA ORNAMENTAL NAS PROPRIEDADES DE
PORCELANA ELÉTRICA ALUMINOSA**

MYRIAN APARECIDA SILVA

“Dissertação de Mestrado apresentado ao corpo docente do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para a obtenção do Título de Mestre (M. Sc) em Engenharia e Ciência dos Materiais.”

Orientador: Prof. José Nilson França de Holanda

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY
RIBEIRO – UENF**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ
JULHO DE 2009**

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE ROCHA ORNAMENTAL NAS PROPRIEDADES DE PORCELANA ELÉTRICA ALUMINOSA

Myrian Aparecida Silva

“Dissertação de Mestrado apresentado ao corpo docente do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para a obtenção do Título de Mestre (M. Sc) em Engenharia e Ciência dos Materiais.”

Aprovada em 16 de Julho de 2009.

Comissão Examinadora:

Prof. Ana Lúcia D. Skury (D. Sc. Engenharia e Ciência dos Materiais) – UENF.

Prof. Eduardo Atem de Carvalho (Ph. D., Engenharia Mecânica) – UENF

Prof. Sidnei J. G. Sousa (D. Sc, Engenharia e Ciência dos Materiais) – UNES

Prof. José Nilson França de Holanda (D. Sc, Engenharia dos Materiais) - UENF
Orientador

Dedico a Deus que é meu refugio e fortaleza. Tudo que sou, e tudo que eu tenho é graças a ELE. Dedico a meus pais João Camilo e Rita de Cássia, e minha irmã Mikaela por todo incentivo e confiança depositados em mim e ao meu esposo Danilo Veiga por todo amor e companheirismo.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por toda força e plenitude espiritual fornecida, essencial para vencer todos os desafios enfrentados na vida.

Ao meu amado esposo Danilo Veiga Schettino, pela paciência, compreensão, carinho e companheirismo. Que mesmo nas piores tempestades e tormentas, esteve junto comigo, me ajudando a seguir em frente.

A minha querida mãe Rita de Cássia Inácio Silva e meu querido pai João Camilo da Silva Sobrinho, por terem batalhado por minha educação e de minha irmã, e pelo apoio em todo o tempo em que estive aqui.

A minha irmã Mikaela Camilla Silva, pela ajuda e incentivo constante.

A todos meus familiares que me incentivaram e me ajudaram direta e indiretamente.

Ao meu professor e orientador deste trabalho José Nilson França de Holanda, pela seriedade, paciência, amizade, compreensão, apoio e incentivo durante a realização deste trabalho. Jamais irei esquecer-me de todos os momentos de aprendizagem e convívio.

Ao professor Herval Ramos Paes Júnior, por sua orientação voluntária, mostrando como um verdadeiro mestre deve agir.

Enfim a todos os professores do LAMAV que tiveram um importante papel na minha formação.

Aos técnicos e funcionários da UENF: Carlam, pelos ensaios mecânicos da tese; Renan por sua ajuda com equipamentos utilizados na tese; Vanússia, pelos ensaios químicos e mineralógicos da tese; Luciana, por sua ajuda no MEV e Raios – X; Shirlene e todo pessoal da diretoria CCT/UENF, por sua essencial ajuda burocrática.

Aos meus amigos e companheiros de luta: Antônio José, Camila Rodrigues, Luciana Lezira, Elaine Pereira, Lussandra Arêdes, Djalma Souza, Elaine Santos, Hellem Prata, Kátia, Gisele e aos demais colegas de pós – graduação da UENF, pelo apoio, amizade e incentivo nas horas difíceis.

A UENF pela oportunidade oferecida para a realização do mestrado.

A CAPES e a FAPERJ pelo apoio financeiro.

A empresa ALCOA pelo fornecimento de Alumina utilizada neste trabalho.

E a todos aqueles que contribuíram para realização deste trabalho.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS.....	V
ÍNDICE DE TABELAS.....	VIII
RESUMO.....	IX
ABSTRACT.....	X
CAPITULO 1: INTRODUÇÃO.....	01
CAPITULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	04
2.1 – Porcelanas Elétricas	04
2.2 – Propriedades das Porcelanas Elétricas.....	05
2.3 – Processo de Fabricação de Porcelanas Elétricas.....	07
2.3.1 – Matérias-primas usadas na fabricação da porcelana elétrica aluminosa.....	11
2.3.1.1 - Argila plástica	12
2.3.1.2 – Caulim	13
2.3.1.3 – Feldspatos	14
2.3.1.4 - Alumina	15
2.3.1.5 – Resíduo de Rocha Ornamental	15
2.3.2 – Preparação das Matérias-primas	18
2.3.3 – Preparação das massas cerâmicas	19
2.3.4 – Conformação das peças cerâmicas	20
2.3.5 – Secagem	21
2.3.6 – Sinterização	23
2.3.7 – Desenvolvimento da microestrutura da porcelana	27
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS DE ANÁLISE	30
3.1 – Matérias-Primas utilizadas.....	31
3.2 – Caracterização das Matérias-Primas	31
3.2.1 – Caracterização mineralógica	31
3.2.2 – Caracterização química	31
3.3 – Formulação e Preparação das Massas Cerâmicas	32
3.4 - Caracterização das Massas Cerâmicas	33
3.5 – Conformação dos Corpos Cerâmicos	34
3.6 – Secagem dos Corpos Cerâmicos	34
3.7 – Sinterização dos Corpos Cerâmicos	35
3.8 – Análise das Propriedades dos Corpos Cerâmicos Sinterizados	35
3.8.1 – Retração linear	35
3.8.2 – Absorção de água	36

3.8.3 - Massa específica aparente.....	36
3.8.4 - Porosidade aparente	37
3.8.5 – Resistência à Compressão	37
3.8.6 – Resistividade elétrica de volume	38
3.9 – Análises de Fases e Microestrutura	38
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
4.1 – Análises da composição química das matérias-primas	40
4.2 - Caracterização das massas cerâmicas	43
4.3 – Propriedades após processo de secagem	49
4.4 – Propriedades tecnológicas após sinterização	51
4.5 – Análise microestrutural das peças sinterizadas.....	61
4.6 – Análise das fases das peças cerâmicas sinterizadas.....	68
4.7 – Análise das tonalidades dos corpos cerâmicos	76
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES.....	80
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	81
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1- Imagem de MEV revelando a estrutura da porcelana de quartzo (Janssen,2005).....	09
Figura 2.2- Fluxograma do processo de fabricação de isoladores de alta tensão (ABC,2009).....	10
Figura 2.3 - Extração de peças de granito na pedreira (Carvalho et al., 2004).....	16
Figura 2.4- Torno e chapelona em acrílico (Sousa et al., 2004).....	21
Figura 2.5- Imagem de MEV de um grão de quartzo rodeado com fissuras provocadas pela transformação $\beta - \alpha$, durante o resfriamento (Janssen, 2005).....	25
Figura 2.6 - Micrografia obtida por MEV das fases presente na porcelana triaxial aluminosa (Chinelatto e Souza, 2004a).....	28
Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia experimental.....	30
Figura 4.1 – Difratograma de raios – x do Resíduo de Roha Ornamental.....	42
Figura 4.2 – Morfologia das partículas de alumina (a) 300 X (b) 3000 X.....	43
Figura 4.3 - Distribuição de tamanho de grânulos para massa cerâmica MR	44
Figura 4.4 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M10.....	44
Figura 4.5 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M20.....	45
Figura 4.6 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M30.....	45
Figura 4.7 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M35.....	46
Figura 4.8 - Morfologia dos grânulos da massa cerâmica MR (a) 100 X (b) 500 X.	47
Figura 4.9 - Morfologia dos grânulos da massa cerâmica M20 (a) 100 X (b) 500 X	47
Figura 4.10 - Morfologia dos grânulos da massa cerâmica M35 (a) 100 X (b) 500 X.....	48
Figura 4.11 – Gráfico da massa específica Bulk dos corpos cerâmicos após secagem.....	50
Figura 4.12 – Gráfico de retração linear dos corpos cerâmicos após secagem.....	50
Figura 4.13 - Gráfico de retração linear de queima em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.....	52
Figura 4.14 – Gráfico de absorção de água em função da adição do resíduo e temperatura de sinterização	54
Figura 4.15 – Gráfico de massa específica aparente em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.....	55
Figura 4.16 – Gráfico da porosidade aparente em função da adição de resíduo e temperatura de sinterização.....	57
Figura 4.17 – Gráfico da resistência à compressão em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.....	58
Figura 4.18 – Gráfico de resistividade elétrica em função da adição de resíduo e temperatura de sinterização	60
Figura 4. 19- Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.....	62

Figura 4.20 - Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.....	63
Figura 4.21 - Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.....	63
Figura 4.22 - Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	64
Figura 4.23 - Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	64
Figura 4.24 - Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	64
Figura 4.25 - Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	65
Figura 4.26 - Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	65
Figura 4.27 - Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	65
Figura 4.28 - Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	66
Figura 4.29 - Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	66
Figura 4.30 - Figura 4.30 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	66
Figura 4.31 - Figura 4.31 – Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	67
Figura 4.32 - Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	67
Figura 4.33 - Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.....	67
Figura 4.34 - Difratoograma de raios – x da amostra MR sinterizada a 1250°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	68
Figura 4.35 - Difratoograma de raios – x da amostra M20 sinterizada a 1250°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	69
Figura 4.36 - Difratoograma de raios – x da amostra M35 sinterizada a 1250°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	69.
Figura 4.37 - Difratoograma de raios – x da amostra MR sinterizada a 1300°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	70
Figura 4.38 - Difratoograma de raios – x da amostra M20 sinterizada a 1300°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	70

Figura 4.39 - de raios – x da amostra M35 sinterizada a 1300°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	71
Figura 4.40 - Difratoograma de raios – x da amostra MR sinterizada a 1350°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	71
Figura 4.41 - Difratoograma de raios – x da amostra M20 sinterizada a 1350°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	72
Figura 4.42 - Difratoograma de raios – x da amostra M35 sinterizada a 1350°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	72
Figura 4.43 - Difratoograma de raios – x da amostra MR sinterizada a 1400°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	73
Figura 4.44 - Difratoograma de raios – x da amostra M20 sinterizada a 1400°C; A = Alumina - α , M = Mullita.....	73
Figura 4.45 – Difratoograma de raios – x da amostra M35 sinterizada a 1400°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita.....	74
Figura 4.46 - Difratoograma de raios – x da amostra MR sinterizada a 1450°C; Q = Quartzo, A = Alumina - α , M = Mullita, C = Cristobalita.....	74
Figura 4.47 - Difratoograma de raios – x da amostra M20 sinterizada a 1450°C; C = Cristobalita, A = Alumina - α , M = Mullita.....	75
Figura 4.48 - Difratoograma de raios – x da amostra M35 sinterizada a 1450°C, A = Alumina - α , M = Mullita.....	75
Figura 4.49 - Tonalidades das amostras MR, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.....	77
Figura 4.50 - Tonalidades das amostras M10, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.....	77
Figura 4.51 - Tonalidades das amostras M20, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.....	78
Figura 4.52 - Tonalidades das amostras M30, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.....	78
Figura 4.53 - Tonalidades das amostras M35, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.....	79

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1- Composição química de algumas louças brancas.....	5
Tabela 2.2 – - Principais propriedades da porcelana elétrica para isoladores de alta tensão	6
Tabela 2.3 - Valores característicos das propriedades de um isolador elétrico	7
Tabela 2.4 - Propriedades da porcelana silicosa	8
Tabela 2.5 - Teor (% em peso) de minerais e argilominerais presentes nas matérias-primas da porcelana aluminosa.....	26
Tabela 3.1 - Composição das massas cerâmicas (% em peso).....	32
Tabela 4.1 - Composição química das matérias-primas (% em peso).....	40
Tabela 4.2 - Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas.....	46
Tabela 4.3 - Parâmetros físicos das massas cerâmicas preparadas.....	49
Tabela 4.4 - Propriedades dos corpos cerâmicos após secagem.....	49
Tabela 4.5 - Retração linear (RLs) das peças cerâmicas.....	51
Tabela 4.6 - Absorção de Água (AA) das peças cerâmicas.....	53
Tabela 4.7 - Massa específica Aparente (MEA) das peças cerâmicas.....	55
Tabela 4.8 - Porosidade Aparente (PA) das peças cerâmicas.....	56
Tabela 4.9 - Resistência a compressão das peças cerâmicas.....	58
Tabela 4.10 - Resistividade elétrica das peças cerâmicas.....	59

RESUMO

Porcelanas aluminosas são utilizadas na fabricação de materiais isolantes aplicados em alta tensão. Estas porcelanas apresentam excelentes propriedades dielétricas e mecânicas. Em geral as porcelanas aluminosas são formuladas usando caulim, feldspato e alumina. Na literatura é encontrada uma larga faixa de composições para essas porcelanas. Neste trabalho é estudada a possibilidade de usar o resíduo de rocha ornamental como uma matéria-prima alternativa na fabricação de porcelana aluminosa.

Diversas massas cerâmicas foram preparadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental em substituição do feldspato sódico, que é uma matéria-prima natural. As peças cerâmicas foram prensadas em 50 MPa e sinterizadas em temperaturas entre 1250 °C a 1450°C. A caracterização das peças cerâmicas foi feita em termos da retração linear, absorção de água, massa específica aparente, porosidade aparente, resistência à tração pelo método de compressão diametral, resistividade elétrica de volume, análise de fases e microestrutura.

Os resultados experimentais mostraram que as propriedades técnicas e microestrutura das peças cerâmicas são influenciadas tanto pela adição de resíduo de rocha ornamental, quanto pela temperatura de sinterização. No entanto, a temperatura de sinterização de 1350 °C é a mais apropriada para produção de porcelana elétrica aluminosa incorporada com resíduo de rocha ornamental.

ABSTRACT

Aluminous porcelains are used in the manufacture of materials of high voltage insulators. These ceramics exhibit excellent dielectric and mechanical properties. In general the aluminous porcelains are formulated using kaolin, feldspars and alumina. In literature is found a wide range of compositions for these porcelains. In this work was studied the possibility of using the ornamental rock waste as an alternative raw material for the production of aluminous porcelain.

Several ceramic pastes were prepared with up to 35 wt. % of ornamental rock-cutting waste in replacement of the natural Na-feldspar. The ceramic pieces were pressed at 50 MPa and sintered between 1250 °C to 1450 °C. The characterization of the ceramic pieces was done in terms of linear shrinkage, water absorption, apparent density, apparent porosity, compressive strength, volume electrical resistivity, phase analysis, and microstructure.

The experimental results indicated that the technical properties and microstructure of the ceramic pieces are influenced by both waste addition and sintering temperature. However, the sintering temperature of 1350 °C is the most appropriate for the production of aluminous porcelain incorporated with ornamental rock-cutting waste.

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

Porcelana é um produto impermeável e translúcido que se distingue de outros produtos cerâmicos, especialmente por sua vitrificação, transparência e resistência mecânica. Ela é usada como utensílios domésticos e de laboratórios e, também, para propósitos técnicos (Pinheiro, 2005). Para uso técnico, a porcelana é designada como isolador elétrico, químicos, mecânicos, estruturais e térmicos (Olupot, 2006).

O setor de porcelana agrupa grande variedade de produtos que se diferem por vários fatores entre eles a composição da massa, a temperatura de queima e o tipo de fundente a ser usado. No presente trabalho é dada ênfase na porcelana designada para produtos elétricos, ou seja, a porcelana elétrica.

Porcelanas elétricas são usadas como isoladores em sistemas de transmissão de energia elétrica por conta de sua alta estabilidade em termos de suas propriedades elétricas, mecânicas e térmicas na presença de diversos ambientes (Smith, 1998).

As porcelanas são constituídas por massas do tipo composta, formadas de argilas plásticas, caulins, quartzo e fundentes (feldspatos, filito, carbonatos) (Motta et al., 2001). As porcelanas triaxiais formadas por alumina, feldspato e caulim são denominadas de porcelanas aluminosas. Este tipo de porcelana é utilizado na fabricação de isoladores elétricos de alta tensão, por possuírem propriedades dielétricas adequadas e propriedades mecânicas superiores as porcelanas que utilizam o quartzo. As propriedades mecânicas e dielétricas são fortemente dependentes da microestrutura sinterizada. Ressalta-se que um bom isolador elétrico é caracterizado por apresentar elevada resistividade elétrica, elevada rigidez dielétrica, baixo fator de dissipação e baixa constante dielétrica (Chinelatto e Souza, 2004b).

As porcelanas ricas em quartzo são denominadas porcelanas silicosas, são utilizadas na fabricação de isoladores de baixa tensão. As propriedades mecânicas e elétricas da porcelana silicosa dependem da relação feldspato/quartzo. Foi determinado que quando esta relação é igual a 0,85 são obtidas melhores propriedades mecânicas e elétricas (Chinelatto e Souza, 2004a). As porcelanas ricas em quartzo possuem tensão de ruptura a flexão menor que as ricas em alumina. Este comportamento foi observado em várias temperaturas de sinterização (Chinelatto e Souza, 2004b).

Na literatura existem diversos resultados de propriedades físico-mecânicas, sobre estudos da influência de aditivos no desenvolvimento da microestrutura e das propriedades das porcelanas (Chinelatto e Souza, 2004a). Os aditivos geralmente são adicionados na forma de óxidos, sendo Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , Cr_2O_3 , Na_2O e K_2O os mais estudados (Chinelatto e Souza, 2000).

Neste trabalho de dissertação de mestrado foi usado como aditivo um resíduo de rocha ornamental em substituição do feldspato sódico natural na formulação da massa cerâmica. Em virtude da conscientização ambiental e da crescente e intensa competitividade e modernização das indústrias, somente o descarte de resíduos não representa uma solução definitiva. Uma opção é obter alternativas de reaproveitamento, que são muito usadas em processos industriais, que proporcionem um fim racional para o resíduo e ao mesmo tempo diminua o consumo dos recursos naturais como matéria-prima.

O objetivo principal do presente trabalho foi estudar a substituição parcial ou total do feldspato sódico na formulação da massa cerâmica para porcelana elétrica aluminosa, por um resíduo sólido de rocha granítica proveniente da região de Santo Antônio de Pádua-RJ, com ênfase especial sobre a microestrutura e propriedades tecnológicas.

Destacam-se como justificativas da presente Dissertação de Mestrado, os seguintes pontos:

i) A área de cerâmica pode ser a solução tecnológica mais adequada para inertização definitiva de resíduo sólido de rocha granítica em forma de pó fino, sem causar qualquer outro tipo de poluição. Isto é importante devido ao fato de que resíduo de rocha ornamental poder ser classificado do ponto de vista ambiental como sendo classe II – não inerte.

ii) O Brasil é grande produtor de rochas ornamentais. Assim sendo, são geradas enormes quantidades de resíduo poluente em várias regiões do País. Portanto, o desenvolvimento de uma tecnologia alternativa para reciclagem deste tipo de resíduo é altamente benéfica para o setor de rochas ornamentais, que é conhecido como um grande poluidor do meio ambiente.

iii) Embora a porcelana seja conhecida há séculos e ter sido extensivamente estudada, a busca do entendimento do desenvolvimento microestrutural de

porcelanas dopadas com diferentes aditivos é de grande interesse acadêmico e tecnológico.

Foram estudados os seguintes tópicos nesta Dissertação de Mestrado:

- No capítulo 2 têm-se uma revisão bibliográfica apresentando conceitos sobre porcelana elétrica aluminosa, resíduo de rocha ornamental e suas propriedades físico- mecânicas e elétricas.
- No capítulo 3 são apresentados os materiais e métodos empregados nos experimentos realizados neste trabalho.
- No capítulo 4 são descritos e discutidos os resultados obtidos através dos experimentos efetuados nesta dissertação de mestrado.
- No capítulo 5 são apresentadas as conclusões relativas aos resultados obtidos nesta dissertação e sugestões para trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – Porcelanas Elétricas

Pode-se definir “Porcelana Elétrica” como um produto impermeável e translúcido (Motta et al., 2001).

A porcelana elétrica é um isolador elétrico para redes de alta tensão ou de baixa tensão. É um dispositivo que tem a função de dar suporte mecânico rígido ou flexível para condutores elétricos ou equipamentos e mantê-los isolados do terra, de estruturas metálicas e de outras partes condutoras (Portela et al.,1997). E tem também como função garantir o isolamento de fios e cabos energizados em redes de baixa e alta tensão, sendo de fundamental importância na transmissão de energia a longa distância. Tendo em vista a importância da energia elétrica para a sociedade moderna, torna-se necessário o aprimoramento constante dos materiais utilizados para este fim (Bonetti et al., 2007).

A expansão das redes de transporte e distribuição de energia elétrica, ocorrida nos últimos anos, passou a exigir o aumento do tamanho dos isoladores elétricos, uma vez que redes com tensões cada vez mais altas têm necessidade de ser isoladas. No entanto, a fabricação de isoladores elétricos de grande porte é condicionada à otimização das propriedades mecânicas da peça (Goulart et al.,1990). Assim, a partir de 1945, foram realizadas pesquisas direcionadas para novas matérias-primas que pudessem elevar a resistência mecânica dos isoladores (Stuart et al., 1996).

As matérias-primas para a porcelana elétrica são: quartzo ou alumina, feldspato, argila e caulim. Estes materiais são também usados na produção de vários produtos vitrificados e porosos. O fator de distinção nas diferentes propriedades de produtos da porcelana acarreta variações na proporção destes materiais, no processo e temperatura de queima já adaptados para porcelanas elétricas. A questão ao longo do tempo tem sido aumentar a resistência mecânica e reduzir os custos da produção (Olupot, 2006).

Na Tabela 2.1 (Smith, 1998) são apresentadas as composições de alguns produtos de cerâmica branca, onde o de interesse é o isolador elétrico, que tem em sua composição caulim, argila, feldspato, quartzo ou alumina, como componentes principais.

Tabela 2.1 - Composição química de algumas louças brancas (% em peso) (Smith,1998).

TIPO DE MATERIAL	CAULIM	ARGILA BRANCA	FELDSPATO	QUARTZO
Porcelana dura	40	10	25	25
Louça isoladora elétrica	27	14	26	33
Isolador elétrico	23	25	34	18
Louça branca semividrada	23	30	25	21
Porcelana dentária	5	—	95	—

2.2 – Propriedades das Porcelanas Elétricas

Nas porcelanas as ligações iônicas com forte caráter covalente tendem a restringir a mobilidade dos elétrons e as tornam bons isoladores elétricos. Isto faz com que esses materiais possuam grande aplicabilidade na indústria eletro-eletrônica (Chinelatto e Souza, 2000).

Para realizar as funções físico-mecânicas e elétricas desejadas, há uma série de condições técnicas que são exigidas e constam em normas. Algumas das principais propriedades das porcelanas elétricas encontram-se na Tabela 2.2 (Portella et al., 1997).

Uma característica essencial de uma porcelana elétrica para alta tensão é a ausência de poros abertos e tão baixos quanto possível, a quantidade de poros fechados, sendo que os poros fechados devem estar preferencialmente ausentes (Portella et al., 1997). Medidas de porosidade aberta pelo método de absorção de água devem ser menores que 0,5 %, ou seja, baixa absorção de água, alto conteúdo de fase vítrea depois de queimados, e não devem apresentar trincas (Motta et. al., 2001).

Tabela 2.2 - Principais propriedades da porcelana elétrica para isoladores de alta tensão (Portella et al., 1997).

Propriedades	Valores médios para porcelana elétrica
Massa específica (g.cm ⁻³)	2,3 a 2,5
Resistência à tração (kgf. cm ⁻²)	600 a 1000
Resistência à compressão (kgf. cm ⁻²)	6000 a 8600
Módulo de elasticidade (kgf. cm ⁻²)	67 a 102
Condutividade térmica (kcal. h ⁻¹ . M ⁻¹ . °C ⁻¹)	2,2 a 2,5
Coeficiente de expansão térmica (+20 a + 100 °C) °C ⁻¹	(3,5 a 9,1) x 10 ⁻⁶
Fator de dissipação (50 – 60 Hz) 20° C	20 a 56 x 10 ⁻³
Rigidez dielétrica (kV. mm ⁻¹)	36 A 45
Resistividade volumétrica (20° C) (Ω .m)	10 ¹² a 10 ¹⁴

A porcelana elétrica usada como isolador elétrico é caracterizada por possuir elevada resistividade elétrica, elevada rigidez dielétrica, baixo fator de dissipação e baixa constante dielétrica.

A elevada resistividade elétrica pode ser definida pelo grau de oposição que o material oferece a passagem de corrente elétrica, permanecendo intacto, pois há apenas uma simples passagem de corrente elétrica (Souza et al., 2004).

A rigidez dielétrica é definida como a máxima diferença de potencial que o dielétrico suporta sem que ocorra uma descarga elétrica. Ela deve ser elevada para evitar o colapso catastrófico do isolador em alta voltagem, prejudicando assim a integridade estrutural da peça (Chinelatto e Souza, 2004a).

O fator de dissipação mede a razão entre a parte irrecuperável e recuperável da energia elétrica quando um campo elétrico é aplicado no interior do material, sendo que a energia irrecuperável é consumida na forma de calor. O fator de dissipação deve ser baixo para que o isolador não aqueça em uso (Chinelatto e Souza, 2004a).

A constante dielétrica expressa à capacidade de um material de permitir que a corrente elétrica o atravesse (Smith, 1998). A baixa constante dielétrica evita polarização de modo a não ocorrer armazenamento localizado de cargas no isolante (Chinelatto e Souza, 2004a).

Na Tabela 2.3 (Chinelatto e Souza, 2004a) são apresentados valores característicos das propriedades de um material para que ele seja considerado um bom isolador elétrico.

Tabela 2.3 - Valores característicos das propriedades de um isolador elétrico (Chinelatto e Souza, 2004a).

Constante dielétrica (k)	≤ 30
Resistividade elétrica (ρ)	$\geq 10^{14} (\Omega \cdot m)$
Fator dissipação ($\text{tg } \delta$)	$\leq 0,001$
Rigidez dielétrica	$\geq 5,0 \text{ kV/mm}$

Estas propriedades e aplicações são as razões do uso contínuo da porcelana por séculos, ao invés de surgimento de novos materiais como, por exemplo, plástico e materiais compósitos (Olupot, 2006).

2.3 – Processo de Fabricação de Porcelanas Elétricas

Entre os vários tipos de porcelana, as mais utilizadas como isoladores elétricos de alta e/ou baixa tensão são a porcelana silicosa e a porcelana aluminosa, a qual é objeto de estudo deste trabalho.

A porcelana triaxial é composta tradicionalmente por argila, quartzo ou alumina e feldspato, cujas proporções destas matérias-primas determinam as características físicas do material resultante (Janssen, 2005). A argila fornece a plasticidade à massa, o feldspato atua como fundente (Janssen, 2005). O quartzo (SiO_2) ou a alumina, atua como agregado para dar volume e resistência, ele é responsável pela formação do esqueleto da peça (Chinelatto e Souza, 2004b).

São mostradas na Tabela 2.4 (Janssen, 2005) algumas das propriedades elétricas, térmicas e mecânicas das porcelanas silicosas.

Tabela 2.4 - Propriedades da porcelana silicosa (Janssen, 2005).

Característica	Símbolo	Unidade	Porcelana silicosa
Propriedades Mecânicas			
Porosidade		Volume %	0
Massa específica		g/cm ³	~ 2,0
Módulo de elasticidade	E	GPa	~ 60
Propriedades elétricas			
Rigidez dielétrica		kV/mm	30 a 35
Resistividade a 20 °C	P20	Ω.m	10 ⁹ a 10 ¹⁰
Resistividade a 600 °C	ρ600	Ω.m	~ 10 ²
Propriedades térmicas			
Coeficiente de expansão térmica	α _{30 - 600}	10 ⁻⁶ /K	4 a 7
Calor específico	Cp _{30 - 600}	J/kg. K	750 a 900
Condutividade térmica	λ _{30 - 100}	W/m.K	1,0 a 2,5

A microestrutura da porcelana silicosa consiste principalmente de grãos de quartzo, cristais de mullita, fase vítrea e poros ou inclusões de ar. O tamanho e o formato dos grãos e dos poros, assim como a composição e a quantidade de fase vítrea são sensivelmente afetados pela variação na composição das matérias-primas e no processo de fabricação, mas mantidos dentro de limites estreitos pelas normas técnicas (Janssen, 2005).

Na Figura 2.1 (Janssen, 2005) é apresentada a microestrutura da porcelana triaxial de quartzo, onde podemos ver os grãos de mullita primária, secundária e de quartzo.

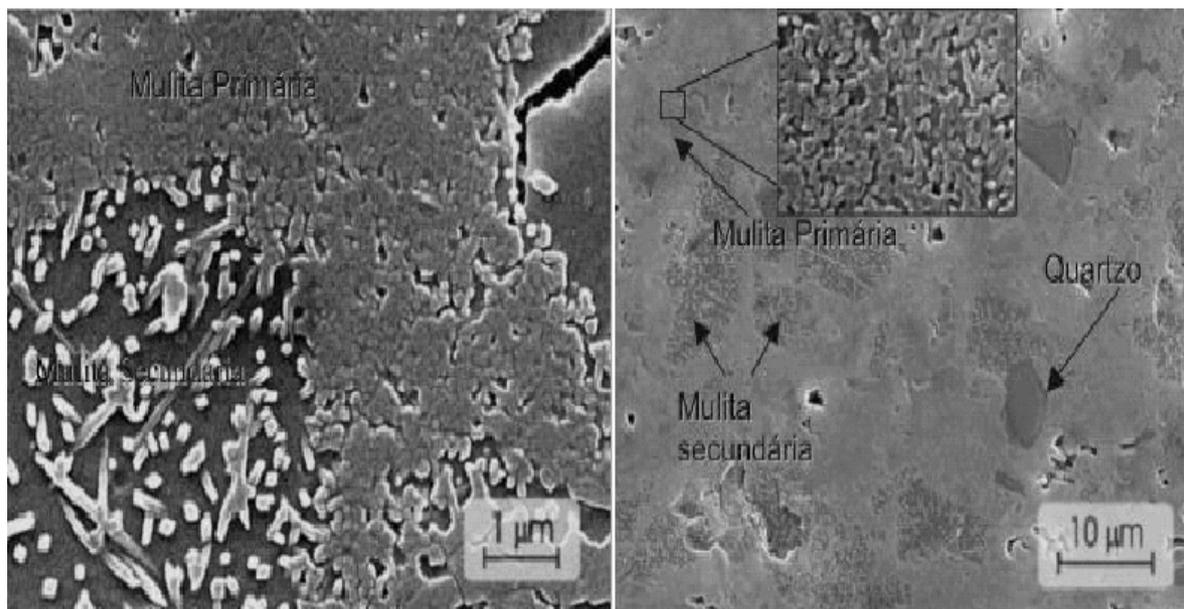


Fig. 2. 1 - Imagem de MEV revelando a estrutura da porcelana de quartzo (Janssen, 2005).

Este tipo de porcelana é utilizado para a fabricação de isoladores de baixa tensão, possuem propriedades dielétricas e propriedades mecânicas inferiores das porcelanas aluminosas (Chinelatto e Souza, 2004a).

A porcelana de que iremos dar ênfase e utilizar neste trabalho é a porcelana formada por alumina, feldspato e caulim, as quais são chamadas de porcelanas aluminosas. A substituição total ou parcial do quartzo por alumina tem sido utilizada para promover o aumento da resistência mecânica.

Pesquisadores têm se empenhado fortemente na pesquisa de novas matérias-primas que possam elevar a resistência mecânica das porcelanas. Neste sentido foi investigado o efeito da substituição do quartzo por alumina, objetivando a eliminação das tensões residuais presentes no corpo queimado provocado pela transformação de fase $\alpha - \beta$ do quartzo durante a queima da peça (Olupot, 2006).

Assim foi detectado que a substituição promove melhoria acentuada das características mecânicas dos isoladores. No entanto, a substituição do quartzo pela alumina afeta variáveis importantes do processo como a retração dimensional das peças (Stuart et. al., 1996).

O processo de fabricação de alguns produtos cerâmicos tais como a porcelana, pode apresentar variações e função do tipo de peça (Pinheiro, 2005). De

um modo geral, os processos de fabricação compreendem as etapas: preparação das matérias-primas e massa cerâmica, conformação, tratamento térmico e acabamento.

Para descrever o processo de fabricação de porcelana, será usado o fluxograma mostrado na Figura 2.2 (ABC, 2009).

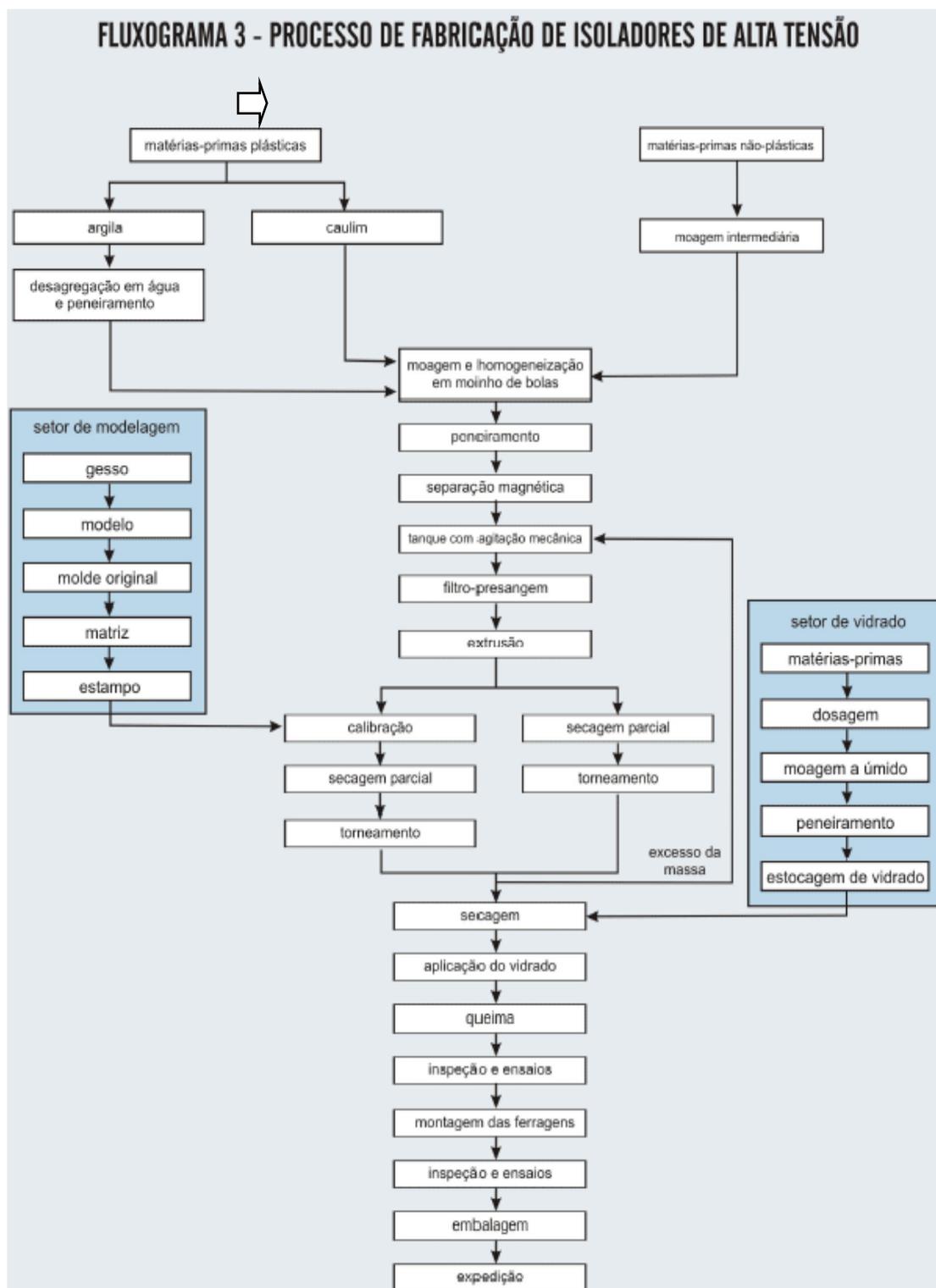


Figura 2.2 – Fluxograma do processo de fabricação de isoladores de alta tensão (ABC, 2009).

2.3.1 – Matérias-primas usadas na fabricação da porcelana elétrica aluminosa

Matéria-prima é todo material que sirva de entrada para um sistema de produção qualquer (Pinheiro, 2005).

O termo matérias-primas se refere a todos os materiais incorporados ao produto no processo de fabricação. Na elaboração de corpos cerâmicos, também denominados de biscoitos e suportes, são utilizadas massas cerâmicas que podem ser classificadas em massas simples (ou naturais), quando se utiliza uma só matéria-prima e massas cerâmicas compostas (ou artificiais) quando ocorre à mistura de diversas matérias-primas na massa.

As massas triaxiais usadas para fabricação de porcelana se enquadram como massas compostas (ou artificial) (Pinheiro et al., 2005).

Basicamente as matérias-primas da porcelana elétrica aluminosa são: argila, caulim, feldspato e alumina, estes materiais podem ser encontrados em minas, cuidadosamente lavados e purificados (Chinelatto e Souza, 2004a).

Matérias-primas consideradas plásticas são aquelas onde conferem características importantes na fase de conformação das peças cerâmicas, tais como: plasticidade (trabalhabilidade) e resistência mecânica a cru. Além disso, na etapa de processamento térmico (sinterização) conferem características como estrutura e cor (Motta et al., 2002). Plasticidade de uma matéria-prima cerâmica é definida como a capacidade desse material de mudar sua forma por ação de uma força externa e de reter posteriormente a nova forma alcançada quando está força é eliminada (Santos, 1989).

Matérias-primas consideradas não plásticas são aquelas que atuam nas fases de conformação e secagem, diminuindo a retração das peças e favorecendo a secagem. Enquanto que na fase do processamento térmico, elas desempenham o papel mais importante, controlando as deformações e a sinterização. Os materiais não plásticos são classificados ainda como inertes, principalmente por causa de seu papel na fase de queima (Motta et al., 2002).

Serão apresentadas e especificadas as características de cada uma das matérias-primas básicas para a fabricação na porcelana elétrica, e também o resíduo de rocha ornamental que utilizamos neste trabalho.

2.3.1.1 - Argila plástica

Argila é um material natural de textura terrosa, de granulação fina, constituída essencialmente de argilominerais, podendo conter outros minerais que não são argilominerais (quartzo, mica, 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, lítio e outros (Santos, 1989).

Por causa dos argilominerais, as argilas na presença de água desenvolvem uma série de propriedades tais como: plasticidade, resistência mecânica a úmido, retração linear de secagem, compactação, tixotropia e viscosidade de suspensões aquosas que explicam sua grande variedade de aplicações tecnológicas. Os principais grupos de argilominerais são caulinita, illita e esmectitas ou montmorilonita (Santos, 1989).

Como exemplo, argilas constituídas essencialmente pelo argilomineral caulinita são as mais refratárias, pois são constituídas essencialmente de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), enquanto que os outros, devido à presença de potássio, ferro e outros elementos, têm a refratariedade sensivelmente reduzida. A presença de outros minerais, muitas vezes considerados como impurezas, pode afetar substancialmente as características de uma argila para uma dada aplicação; daí a razão, para muitas aplicações, de se eliminar por processos físicos os minerais indesejáveis. Processo este chamado de beneficiamento (Norton, 1973).

As argilas apresentam uma enorme gama de aplicações, tanto na área de cerâmica como em outras áreas tecnológicas. Pode-se dizer que em quase todos os segmentos de cerâmica tradicional a argila constitui total ou parcialmente a composição das massas. De um modo geral, as argilas que são mais adequadas à fabricação dos produtos de cerâmica vermelha apresentam em sua constituição os argilominerais illita, de camadas mistas illita-montmorilonita e clorita-montmorilonita, além de caulinita, pequenos teores de montmorilonita e compostos de ferro (Norton, 1973).

As argilas para materiais refratários são essencialmente caulínicas, devendo apresentar baixos teores de compostos alcalinos, alcalino-terrosos e de ferro; podendo conter ainda em alguns tipos a gibbsita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). As argilas para cerâmica branca são semelhantes às empregadas na indústria de refratários; sendo que para algumas aplicações a maior restrição é a presença de ferro e para outras,

dependendo do tipo de massa, além do ferro a gibbsita. No caso de materiais de revestimento são empregadas argilas semelhantes às utilizadas para a produção de cerâmica vermelha ou as empregadas para cerâmica branca e materiais refratários (Norton, 1973).

2.3.1.2 - Caulim

Entende-se por caulim o material formado por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e haloisita. Além disso, o caulim sempre contém outras substâncias sob a forma de impurezas, desde traços até a faixa de 40 – 50% em volume, consistindo, de modo geral, de areia, quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspato, óxidos de ferro e titânio, etc.

Embora o mineral caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) seja o principal constituinte do caulim, outros elementos além do alumínio, silício, hidrogênio e oxigênio acham-se geralmente presentes. A composição química do caulim é usualmente expressa em termos de óxidos dos vários elementos, embora eles possam estar presentes em forma mais complicada e por vezes desconhecida.

Entre as propriedades físicas do caulim são citadas na literatura principalmente as mencionadas abaixo (Silva, 2001):

- i. Granulometria – é mais grosseira que as dos demais tipos de argila (menor que 0,2 mm).
- ii. Cristalinidade – apresenta lamelas hexagonais bem cristalizadas;
- iii. Resistência mecânica – baixa em relação às outras argilas;
- iv. Plasticidade – menos plástico que as demais argilas;
- v. Módulo de ruptura – medido em atmosferas a 80% de umidade relativa.

O caulim tem muitas aplicações industriais e novos usos estão constantemente sendo pesquisados e desenvolvidos. É um mineral industrial de características especiais, porque é quimicamente inerte dentro de uma ampla faixa de pH; tem cor branca; apresenta ótimo poder de cobertura quando usado como pigmento ou como extensor em aplicações de cobertura e carga; é macio e pouco abrasivo; possui baixas condutividades de calor e eletricidade; e seu custo é mais baixo que a maioria dos materiais concorrentes (Silva, 2001).

2.3.1.3 - Feldspatos

O termo feldspato cobre uma série de alumino-silicatos alcalinos ou alcalinos terrosos. Os feldspatos naturais são normalmente misturas em diversas proporções de alumino-silicatos de potássio, de sódio, de cálcio, de lítio e ocasionalmente de bário e de cério.

Para a indústria cerâmica os feldspatos de maior importância são o potássico, ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) e o sódico ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$), por terem temperatura de fusão relativamente baixa e assim sendo empregados como geradores de “massa vítrea” nas massas cerâmicas e nos vidrados. No entanto, eles dificilmente são encontrados puros, em geral se apresentam em mistura, podendo também estar associados a outras impurezas.

Na cerâmica sua função é a de fundente, pois seu ponto de fusão é menor do que a maioria dos outros componentes, servindo de cimento para as partículas das várias substâncias cristalinas, além de outros aspectos como as reações físico-químicas.

O feldspato é usado na fabricação de vidro, fritas, esmaltes (vidrados), placas cerâmicas, isoladores elétricos de porcelana, louça de mesa e louça sanitária (Ramos, 2001).

Na indústria do vidro, o feldspato fornece a alumina, para aumentar a aplicabilidade do vidro fundido, melhorando o produto final e dando-lhe uma estabilidade química maior, inibindo a tendência de devitrificação.

O feldspato tem outras utilizações como na produção de vernizes e tintas onde é usado na produção de fritas metálicas, na produção de eletrodos para solda, abrasivos leves além de ser utilizado em próteses dentárias.

Na maior parte de suas aplicações o feldspato pode ser substituído, total ou parcialmente pela rocha nefelina sienita. Além dessa rocha, são também potenciais substitutos do feldspato: argila, talco, pirofilita, areia feldspática e escória de alto-forno (Ramos, 2001).

2.3.1.4 - Alumina

A alumina ou óxido de alumínio, Al_2O_3 , é insolúvel em águas e líquidos orgânicos e muito pouco solúveis em ácidos fortes e alcalinos (Santos et al., 2000).

Óxido de alumínio é produzido a partir da bauxita por meio de um processo químico denominado Bayer. Pó branco com aparência de açúcar granulado. A alumina é um passo intermediário na produção do alumínio. Quando extraído da bauxita e isolado tem-se um produto químico valioso (Mártires, 2001).

Os cristais de alumina são incolores ou transparentes, a alumina é produzida a partir do minério de bauxita através de um processo de refinação, o processo Bayer (Santos et al., 2000).

O óxido de alumínio ou a alumina cristalina natural (Al_2O_3) são denominados de corundum ou alumina- α (Santos et al., 2000).

A alumina apresenta elevada estabilidade química e térmica, constituindo-se, portanto numa excelente matéria-prima para produção de corpos cerâmicos de alta alumina (Mártires, 2001).

Devido à suas características físico-químicas a alumina pode ser utilizada em algumas aplicações como em vidros como fonte de (Al_2O_3) tendo como característica principal a pureza e consistência química, em Cerâmicas de alta alumina também como fonte de (Al_2O_3) tendo como características estabilidade reológica e granulométrica, e em isoladores elétricos com a função de elevar à resistência elétrica e como característica principal a consistência química (Santos et al., 2000).

Atualmente o Brasil dispõe de cinco refinarias de alumina em quatro estados: Minas Gerais (ALCOA, ALCAN), São Paulo (CBA), Maranhão (ALCAN, ALCOA e BILLITON que formam o consórcio Alumar, instalado em São Luis - MA) e Pará (ALUNORTE) (Mártires, 2001).

2.3.1.5 – Resíduo de Rocha Ornamental

Para suprir as necessidades do mundo moderno, é necessário um aumento da produção que paulatinamente contribui para o aumento de resíduos, que nem sempre têm um destino ambientalmente correto. Como não é possível parar a produção, uma das grandes preocupações da atualidade, consiste em reaproveitar os resíduos gerados nos diversos processos produtivos.

O Brasil é um dos maiores produtores e exportadores de rochas ornamentais do mundo. Dentre elas, destaca-se o mármore, o granito propriamente dito, o diorito, e o gnaisse, comercialmente conhecidos por mármore e granito. O estado do Espírito Santo é o principal pólo de rochas ornamentais do país instalado na região de Cachoeiro de Itapemirim. No estado do Rio de Janeiro, a região Noroeste também é rica em rochas ornamentais, com enfoque para o município de Santo Antônio de Pádua. As rochas ornamentais deste município são principalmente rochas graníticas (Moreira et al., 2005).

O processo de extração de granito começa nas pedreiras, onde essa rocha é encontrada na sua forma natural. O granito pode ser extraído de varias maneiras. No entanto, tem-se observado nos últimos anos, a substituição crescente das técnicas de extração baseada na perfuração e explosivo associado ao maçarico (flame - Jet) pela combinação de fio diamantado e massa expansiva, como mostrado na Figura 2.3, que por si só, garante a preservação das características geológicas e tecnológicas da rocha e volume de produção. Os blocos são então levados às serrarias onde máquinas cortam os mesmos, transformando-os em chapas (Carvalho et al., 2004).



Figura 2.3 - Extração de peças de granito na pedreira (Carvalho et al., 2004).

Este processo é responsável pelo resíduo na forma de lama. Esta lama é geralmente depositada num pátio, porém a quantidade produzida é significativa. Durante a extração e corte de pedras ornamentais no município de Santo Antônio de Pádua-RJ, são geradas enormes quantidades de resíduo na forma de lama abrasiva (Moreira et al., 2005).

Estimativas indicam que uma empresa pode produzir cerca de 35 toneladas de pó de granito em apenas um mês. Se o resíduo gerado alcançar rios, lagoas, córregos, ou mesmo reservatórios de água, acarretará o assoreamento dos mesmos. Além disso, este resíduo apresenta riscos à saúde humana (podendo causar problemas de silicose) e ainda afeta esteticamente a paisagem (Carvalho et al., 2004).

De um modo geral, granitos são rochas ígneas, intrusivas e cristalinas, de textura granular, contendo como minerais essenciais feldspato e quartzo. Em termos comerciais, granito é qualquer rocha não calcárea, capaz de ser serrada e polida, sendo usada como material de revestimento ou de adorno.

Assim, para efeito deste trabalho, consideraram-se como rochas ornamentais de revestimento, os granitos que se destina, nas formas de blocos e bloquetes, para serragem e polimento, peças e adornos para decoração.

Temos como principal mineral constituinte do granito, o quartzo, mica e feldspatos, podendo, em casos específicos, apresentar sodalita, granada e outros.

Granitos são materiais utilizados em revestimentos de pisos de ambientes internos e externos, e em fachadas prediais, também sendo usados como adornos em geral, além de ter uma grande utilização em artes funerárias, especialmente os de cor escura (Nery, 2000).

A problemática ambiental tem despertado nos últimos anos grande interesse no Brasil. As leis de controle ambiental tornaram-se mais severas e os órgãos de fiscalização ambiental tornaram-se mais eficientes. Por outro lado, os custos de disposição de resíduos de forma ambientalmente correta são elevados. Isto tem motivado a busca de alternativas tecnológicas viáveis para a disposição de resíduos industriais (Moreira et al., 2005).

Estes resíduos são atrativos para o aproveitamento cerâmico por serem constituídos de SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O e CaO . Estes compostos são normalmente encontrados nas matérias-primas usadas na fabricação de produtos cerâmicos. Ressalta-se também que a reutilização destes resíduos contribui para a diminuição

do consumo de matérias-primas naturais, resultando em ganhos ambientais e econômicos (Moreira et al., 2005).

O propósito principal é estudar a substituição parcial ou total do feldspato sódico na formulação da massa cerâmica da porcelana elétrica aluminosa por resíduo sólido de rocha granítica.

A incorporação de resíduos de rochas ornamentais (mármore e granito) em massas cerâmicas, além de resolver um problema ambiental e não prejudicar as propriedades das peças cerâmicas diminui a temperatura de queima, reduzindo o custo de energia (Souza, 2008).

(Vieira et al., 2006) utilizou resíduo proveniente da serragem de rochas ornamentais em mistura com argila para obtenção de porcelana elétrica. Foram estudadas três formulações com 40, 50 e 60 % em peso de resíduo do corte de gnaiss fino e misturado com argila caulínica. Corpos-de-prova prismáticos foram preparados por prensagem uniaxial e sinterizados a 1200°C, por 15 minutos. Os corpos-de-prova sinterizados foram submetidos a ensaios físicos e mecânicos para a determinação da absorção de água, retração linear e tensão de ruptura à flexão. As fases cristalinas foram identificadas por difração de raios-X e a microestrutura das composições foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura, acoplada com sistema de espectroscopia por dispersão de energia (EDS). O melhor desempenho das características físicas e mecânicas foi apresentado pela amostra com 60 % em peso do resíduo, sendo compatível com o comportamento esperado de materiais cerâmicos. A microestrutura após sinterização também foi similar às apresentadas pelas porcelanas tradicionais, constituída de mulita, quartzo e fase vítrea. Os resultados mostram que o resíduo proveniente da produção industrial de rochas ornamentais pode substituir quartzo e feldspato da massa típica de porcelana, além de reduzir a temperatura de sinterização.

2.3.2 – Preparação das Matérias-primas

As matérias primas para as porcelanas são minérios naturais e geralmente necessitam de tratamento antes de serem considerados adequados.

A preparação das matérias-primas segue alguns passos, ela passa por tratamento preliminar. No tratamento as matérias-primas são desagregadas e moídas. Para este tratamento utilizam-se moinhos de bola para que as matérias-

primas tenham um tamanho adequado, peneiras no sentido de classificação granulométrica das partículas.

2.3.3 – Preparação das massas cerâmicas

A preparação da massa cerâmica é a etapa de maior importância no processo de fabricação de produtos cerâmicos.

Na fabricação de porcelana elétrica a preparação da massa cerâmica normalmente é feita por via úmida, mas no presente trabalho o processo de fabricação será feito pelo processo via seca.

O processo via seca compreende as etapas de moagem fina das matérias-primas e granulação do pó obtido. Como é sabido, o processo a seco das massas cerâmicas, em relação ao sistema a úmido, oferece as seguintes vantagens (Lolli et al., 2000):

- Menores custos energéticos, sobretudo de energia térmica.
- Eliminação dos custos referentes aos defloculantes e aditivos.
- Menores custos de manutenção.
- Menor impacto ambiental.

Do ponto de vista energético, o processo a seco leva a uma forte redução dos consumos térmicos em comparação ao processo via úmido.

Com relação ao impacto ambiental, o processo a seco apresenta consideráveis vantagens, tais como (Lolli et al., 2000):

- Redução das emissões quentes dos processos de secagem dos pós, associadas à redução do insumo energético, conseqüentemente reduzindo as emissões de gás carbônico na atmosfera;
- Possibilidade de reciclar em certa medida a cal (CaO - derivada dos filtros a mangas para a depuração da fumaça do forno de queima) no granulador como matéria-prima secundária. No processo a úmido a reciclagem da cal exausta nos moinhos não é possível, pois bloqueia a ação dos defloculantes.

2.3.4 – Conformação das peças cerâmicas

A prensagem é a operação de conformação baseada na compactação de um pó granulado (massa) contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A operação compreende três etapas: i) preenchimento da cavidade do molde; ii) compactação da massa; e iii) extração da peça.

Este é o procedimento de conformação mais utilizado pela indústria cerâmica devido à sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de tamanhos e formas variadas, sem contração de secagem e com baixa tolerância dimensional (Albaro, 2000).

A técnica de prensagem uniaxial consiste na compactação de uma massa aglomerada contida em uma cavidade rígida, mediante a aplicação de pressão em apenas uma direção axial através de um ou vários punções rígidos, obtendo-se simultaneamente a conformação e a condensação do pó cerâmico.

A cavidade rígida é composta pela base móvel (punção inferior) e pelas paredes, que podem ser móveis ou fixas, chamada de matriz ou molde. Apesar da dificuldade em se obter uma compactação homogênea, devido à fricção entre as partículas e as paredes do molde, a produção rápida, a uniformidade das peças, as tolerâncias apertadas e o custo relativamente reduzido, fazem este tipo de compactação muito atrativo (Schmidt et al., 2008).

O presente trabalho teve como objetivo a fabricação de porcelanas elétricas empregando-se a prensagem uniaxial.

O objetivo da operação de prensagem, de forma idêntica a qualquer operação de conformação, como colagem ou extrusão, são: obter peças uniformes, de acordo com as dimensões e a geometria pré-estabelecidas, bem como contribuir na obtenção de uma microestrutura adequada às características finais desejadas.

Para que esta operação de prensagem se desenvolva rapidamente e para que a distribuição da quantidade de massa na cavidade do molde seja uniforme e reprodutível, é imprescindível que a massa flua bem sob o efeito das forças de gravidade, ou seja, possua uma boa fluidez (Albaro, 2000).

Já o formato de alguns isoladores elétricos é definido na etapa de conformação, que se dá por moldagem plástica com o uso de torneamento, por se tratar de peças radialmente simétricas. É mostrado na Figura 2.4 (Sousa et al.,

2004) um torno usado para a fabricação dos isoladores, e a chapelona ferramenta que é utilizada para a definição do perfil.

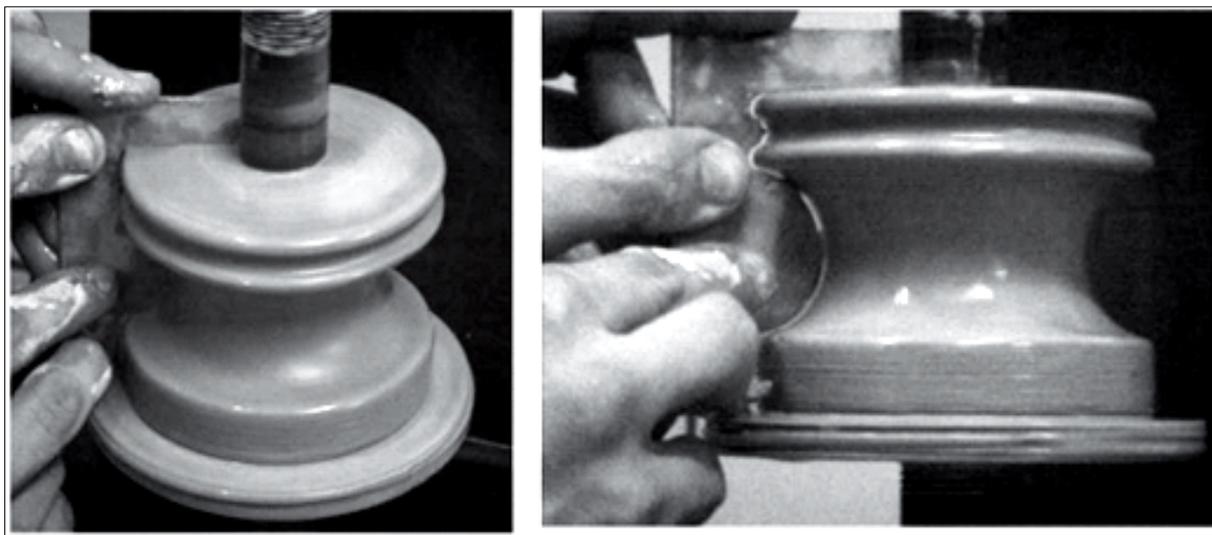


Figura 2.4 - Torno e chapelona em acrílico (Sousa et al., 2004).

A conformação por moldagem plástica é o método mais antigo, podendo ser feita de modo completamente manual ou com o auxílio de formas ou de tornos. O uso do torno provoca uma orientação preferencial das partículas superficiais da peça moldada. Este efeito é considerado benéfico visto que confere um aspecto mais liso à peça. Relata-se o uso de torneamento em massa cerâmica semi-seca, a fim de minimizar a retração, na fabricação de isoladores elétricos (Sousa, 2003).

2.3.5 - Secagem

Uma importante etapa produtiva é a secagem das peças após a conformação.

Em termos de tecnologia cerâmica, a secagem é a remoção do líquido, geralmente água (que acontece por evaporação), que anteriormente conferia a trabalhabilidade necessária da peça, isto faz com que o corpo adquira resistência mecânica para queima. Trata-se de uma etapa decisiva, na qual a retração volumétrica que ocorre simultaneamente à perda de água requer vários cuidados para evitar assim trincas e contrações irreversíveis na peça moldada. Ocorrem também defeitos nas peças que serão vistos somente depois da queima (Sousa et al., 2004).

A secagem na produção industrial deve ser feita bem rápida, mas primeiro é necessário um conhecimento prévio, pois uma secagem demasiadamente rápida pode causar diferentes retrações na peça, produzindo trincas (Souza, 2008).

O quanto uma peça retrai na secagem depende de parâmetros como o tamanho das partículas e a composição mineralógica dos constituintes adotados na massa, a retração provocada pela secagem varia de acordo com a plasticidade da massa. Quando úmida essa massa pode ser entendida como uma coleção de partículas onde todas são envolvidas por uma película de água. Em termos absolutos, a intensidade da retração também dependerá evidentemente das dimensões da peça úmida e da umidade durante a conformação (Sousa, 2003).

Assim, ao se elaborar uma massa plástica, deve-se levar em conta a retração esperada ao final da secagem. A retração de secagem pode também ser reduzida pela moldagem sob alta pressão, de forma que as películas de água podem ser reduzidas a uma menor espessura. Uma grande retração requer invariavelmente um longo tempo de secagem, o que pode acarretar um sério gargalo produtivo (Sousa, 2003).

A secagem é feita em secadores, o ambiente de secagem tem um duplo papel durante a mesma. O primeiro é absorver os vapores formados à medida que a água deixa a superfície da peça, e o segundo é fornecer o calor necessário para compensar o calor consumido pela evaporação, fenômeno endotérmico (Norton, 1973).

Para que a secagem aconteça de forma uniforme as peças precisam conter: mesmo tamanho e forma, mesma composição, mesmas condições de conformação, mesma coloração e deve ser usado o mesmo mecanismo de transmissão de calor (Souza, 2008).

2.3.6 – Sinterização

A sinterização é um processo natural em que um conjunto de partículas em contato mútuo, sob a ação da temperatura, transforma-se em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica, podendo, inclusive, tornar-se totalmente denso (Silva, 2008).

O objetivo principal do processo de sinterização é consolidar o formato definitivo e obter as propriedades finais desejadas dos corpos cerâmicos (Souza, 2008).

O estudo da sinterização é feito pela observação das mudanças que ocorrem com o corpo sinterizante durante o processo e pela tentativa de associar estas mudanças às condições de sinterização, ao material sendo sinterizado e às características dele. Estas mudanças podem ser das propriedades (mecânicas, elétricas e magnéticas), e da estrutura (dimensões, densidade e aspecto estrutural) (Silva, 2008).

As peças submetidas a temperaturas altas em fornos contínuos ou intermitentes que operam em três fases: o aquecimento da temperatura ambiente para a temperatura, patamar durante tempo determinado na temperatura desejada e o resfriamento até a temperatura ambiente (Pinheiro, 2005).

Na etapa de sinterização ocorre a transmissão de calor das peças, criando assim condições para que ocorram transformações físicas e químicas que levam às propriedades finais desejadas, como: perda de massa, formação de fase vítrea, desenvolvimento de fase cristalina e outras (Silva, 2008).

Existem, rigorosamente falando, dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida.

Em porcelana, a sinterização ocorre em fase líquida, neste tipo de sinterização há presença de fase líquida na estrutura, este líquido pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema (Pinheiro et al., 2005).

A ocorrência deste líquido é a maior diferença entre os dois tipos básicos de sinterização, e tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada. Em termos gerais, pode-se dizer que, em comparação à sinterização por fase sólida, este tipo de sinterização é mais rápido e fecha a estrutura mais facilmente. A sinterização com fase líquida é um modo bastante atraente de consolidação de materiais dificilmente sinterizáveis por fase sólida e para a obtenção de materiais compósitos.

Os mecanismos de densificação atuantes neste tipo de sinterização são bastante dependentes da quantidade de líquido presente na estrutura e da interação deste líquido com a fase sólida (molhabilidade, dissolução entre sólido e líquido, reação para formação de outras fases com absorção ou liberação de energia, etc.).

Em todo caso, existe sempre uma importante contribuição da ação das forças de capilaridade. Se a molhabilidade do sólido pelo líquido for favorável, estas forças de capilaridade promovem um forte e rápido rearranjo de partículas que leva à densificação. Se a molhabilidade é desfavorável, as forças de capilaridade atuam em sentido oposto, impedindo a densificação e promovendo até o rompimento da estrutura (Silva e Júnior, 1998).

Durante a sinterização das porcelanas ocorrem diversas reações químicas, as quais são afetadas pela temperatura, tempo e atmosfera do forno.

As principais reações do processo de sinterização das porcelanas são (Bernardin, 2006):

- Na temperatura aproximada de 550 °C ocorre à transformação da caulinita em metacaulinita, esta reação é acompanhada pela reorganização dos átomos de alumínio coordenados octaedricamente na caulinita para tetraedricamente ordenados na metacaulinita. Esta reação é endotérmica e libera água.



- Início da formação da fase líquida ao se atingir a temperatura eutética ~ 1050 °C para o feldspato sódico e 990 °C para o feldspato potássico.
- A ~ 1075 °C formação da mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$).
- Nas porcelanas triaxiais aluminosas o quartzo residual provenientes de matérias-primas sofre a dissolução acima de 1100 °C, praticamente desaparecendo em temperaturas acima de 1250 °C.
- A alumina permanece inerte durante a sinterização, tendo uma taxa de dissolução no vidro feldspáltico muito baixa até temperaturas de 1450°C.

Uma das grandes vantagens da substituição do quartzo pela alumina é que no processo de resfriamento, o quartzo não dissolvido durante a sinterização pode deteriorar a resistência mecânica devido à expansão volumétrica que ocorre durante a mudança de fase $\beta \rightarrow \alpha$, ~ 573°C (Chinelatto e Souza, 2004, A).

A tensão e o trincamento gerado devido à presença de partículas de quartzo tendem a ser mais severos durante a rápida transformação do quartzo $\beta \rightarrow \alpha$ durante o resfriamento (Bernardin, 2006).

Na Figura 2.5, observamos uma porcelana silicosa onde se pode ver um grão de quartzo com as fissuras características na matriz vítrea (Janssen, 2005).

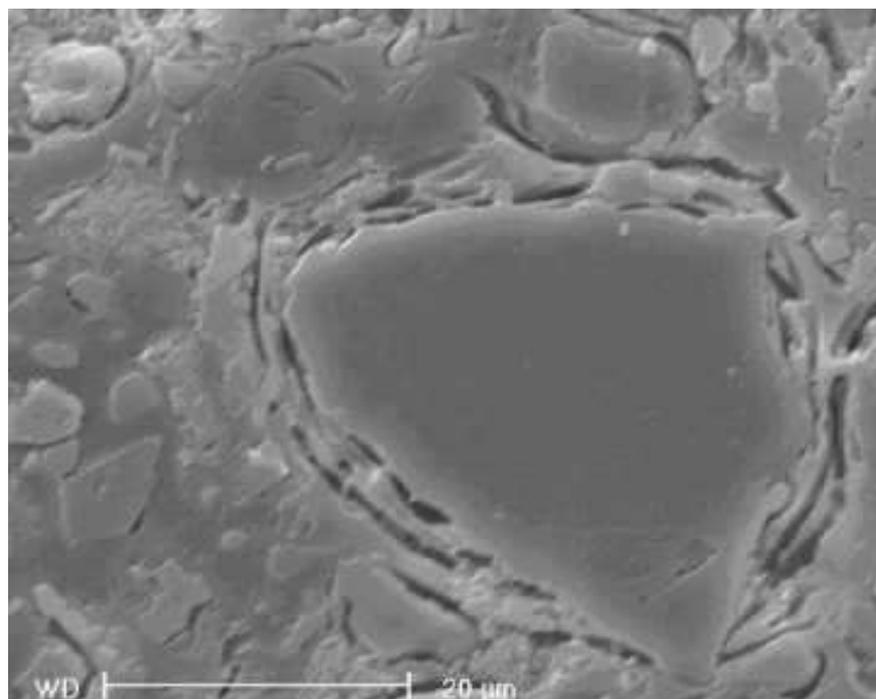


Figura 2.5 - Imagem de MEV de um grão de quartzo rodeado com fissuras provocadas pela transformação $\beta - \alpha$, durante o resfriamento (Janssen, 2005).

O tamanho da partícula de quartzo é muito importante no desenvolvimento das trincas, pois partículas muito pequenas não são suficientes para colocar a matriz em tensão, enquanto partículas muito grandes podem gerar fraturas interconectadas levando a um empobrecimento das propriedades mecânicas (Janssen, 2005).

Em se tratando de porcelanas aluminosas, o teor de quartzo presente nas matérias-primas naturais é um parâmetro muito importante.

A Tabela 2.5 mostra a porcentagem de argilominerais e minerais majoritários presentes em cada matéria-prima, sendo a argila a matéria-prima com maior teor de quartzo (Chinelatto e Souza, 2004b).

Tabela 2.5 - Teor (% em peso) de minerais e argilominerais presentes nas matérias-primas da porcelana aluminosa (Chinelatto e Souza, 2004b).

Caulim	Mica	6,3
	Caulinita	90,4
	Quartzo	1,1
Argila	Mica	3,0
	Caulinita	87,4
	Quartzo	7,4
Feldspato	Microclínio	63,8
	Albita	25,2
	Quartzo	6,6

Neste aspecto, a substituição do quartzo por alumina é vantajoso por não apresentar transição de fase no resfriamento e assim não comprometer a resistência mecânica da peça (Chinelatto e Souza, 2004a).

Também se observou que o tamanho de grão e a dispersão dos grãos de alumina na porcelana influenciam o comportamento mecânico.

As vantagens de utilizar a alumina e não o quartzo em isoladores é devido ao significativo aumento da resistência mecânica. Este aumento é atribuído ao fato de que, em um sistema multifásico, a introdução de um componente com alto módulo elástico (alumina), eleva o módulo elástico de todo sistema e com isto o aumento da resistência mecânica (Chinelatto e Souza, 2004a).

A alumina também possui uma taxa de dissolução muito lenta na fase líquida formada durante a sinterização, em comparação ao quartzo, por sua limitada solubilidade em vidros feldspáticos. Entretanto, o preço significativo da alumina sendo comparado ao do quartzo, o aumento da temperatura e do tempo de sinterização, aumenta significativamente os custos da porcelana e se torna a principal desvantagem de seu uso (Chinelatto e Souza, 2000).

2.3.7 – Desenvolvimento da microestrutura da porcelana

A microestrutura da porcelana triaxial após a sinterização consiste em grãos grosseiros de alumina misturados a finos cristais de mulita mantidos juntos por uma matriz vítrea. Os cristais de mulita possuem diversas origens as quais são responsáveis pelos nomes atribuídos a elas. A mulita formada pela seqüência de reações caulinita-mulita, é chamada de mulita primária. Esta mulita aparece na forma de aglomerados de pequenos cristais com tamanho menor que $0,5 \mu\text{m}$, e recebe este nome porque se forma em baixa temperatura.

Outro tipo de mulita, denominada mulita secundária, é formada a partir da nucleação e crescimento de cristais na região do líquido feldspáltico e se apresenta na forma de longos cristais ($> 1 \mu\text{m}$) (Janssen, 2005).

Durante a sinterização da porcelana triaxial a mulita secundária é formada a partir da superfície da argila caulínica e cresce em direção ao líquido originado do feldspato. O líquido proveniente do feldspato é mais fluido que o proveniente da argila, pois possui uma alta quantidade de íons alcalinos e alcalinos terrosos e, como conseqüência, os cristais de mulita secundária são maiores que os da mulita primária. A composição da mulita muda de acordo com a origem. A mulita primária formada na região rica em argila contém mais alumina ($2\text{Al}_2\text{O}_3:1\text{SiO}_2$) que a mulita secundária, cristalizada na região do feldspato ($3\text{Al}_2\text{O}_3:2\text{SiO}_2$). O tamanho e a forma dos cristais de mulita são controlados pela viscosidade do líquido onde eles se formam e crescem. A viscosidade do líquido por sua vez é controlada por sua composição e temperatura (Chinelatto e Souza, 2004a).

De acordo com (Chinelatto e Souza), existe também outro tipo de mulita, que aparece em porcelanas aluminosas. Esta mulita aparece ao redor dos grãos de alumina, devido à dissolução destes grãos no líquido feldspáltico. Denominam esta mulita como mulita terciária.

Na Figura 2.6 (Chinelatto e Souza, 2004a) são apresentadas micrografias obtidas por MEV que mostram as fases descritas acima que existem na porcelana aluminosa.

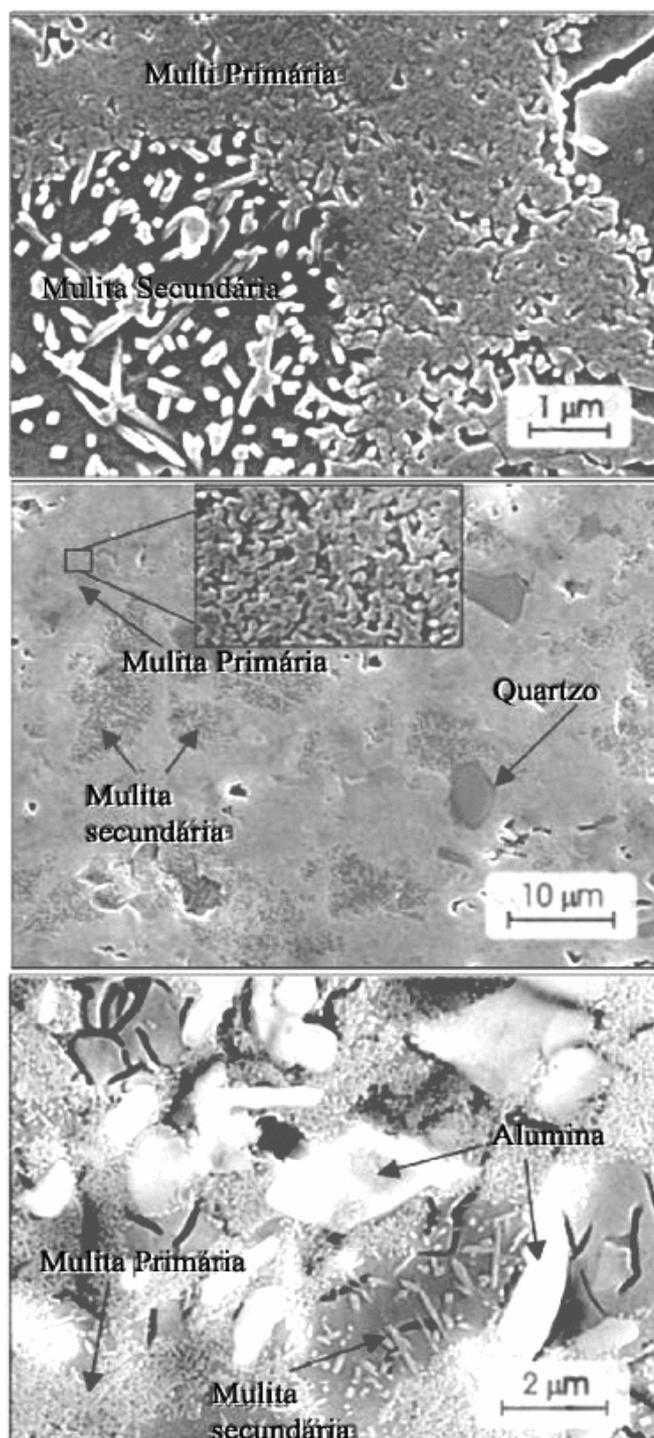


Fig. 2.6 - Mostra micrografia obtida por MEV das fases presente na porcelana triaxial aluminosa (Chinelatto e Souza, 2004a).

Porcelanas são produzidas a partir da mistura de matérias-primas naturais que, por sua vez contém vários componentes e, geralmente, com larga distribuição granulométrica. Por conseqüência, a microestrutura das porcelanas é multifásica e cada fase com suas peculiaridades tais como: amorfa ou cristalina, tamanho e forma de grão, coeficiente de expansão, transição de fase. Além das diferentes fases a

microestrutura das porcelanas contém defeitos introduzidos devido às características intrínsecas das matérias-primas ou interações entre elas em alta temperatura ou devido ao processamento cerâmicos. As propriedades dos materiais cerâmicos são essencialmente dependentes da microestrutura. No caso das porcelanas a propriedade mais sensível à microestrutura é a propriedade mecânica. A busca pela melhoria desta propriedade levou à substituição do quartzo por alumina nas composições das porcelanas, pois desta forma elimina-se um grande número de defeitos introduzidos pela transição de fase que as partículas de quartzo sofrem no resfriamento. Contudo, nas porcelanas triaxiais aluminosas uma infinidade de composições são possíveis e cada uma delas com sua microestrutura e propriedades características (Chinelatto e Souza, 2004b). As propriedades dielétricas e mecânicas são diretamente dependentes da microestrutura desenvolvida durante o processamento cerâmico. Alguns fatores como a presença de impurezas, a temperatura, o tempo e a atmosfera de sinterização influenciam fortemente as reações químicas e o desenvolvimento microestrutural da porcelana. Por isso é preciso um entendimento da relação entre essas variáveis para desenvolver produtos de baixo custo e elevadas propriedades mecânicas e dielétricas (Chinelatto e Souza 2004a).

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS DE ANÁLISE

Neste capítulo são apresentados os materiais e métodos de análise empregados no desenvolvimento da presente Dissertação de Mestrado. Um fluxograma geral da metodologia é apresentado na Figura 3.1

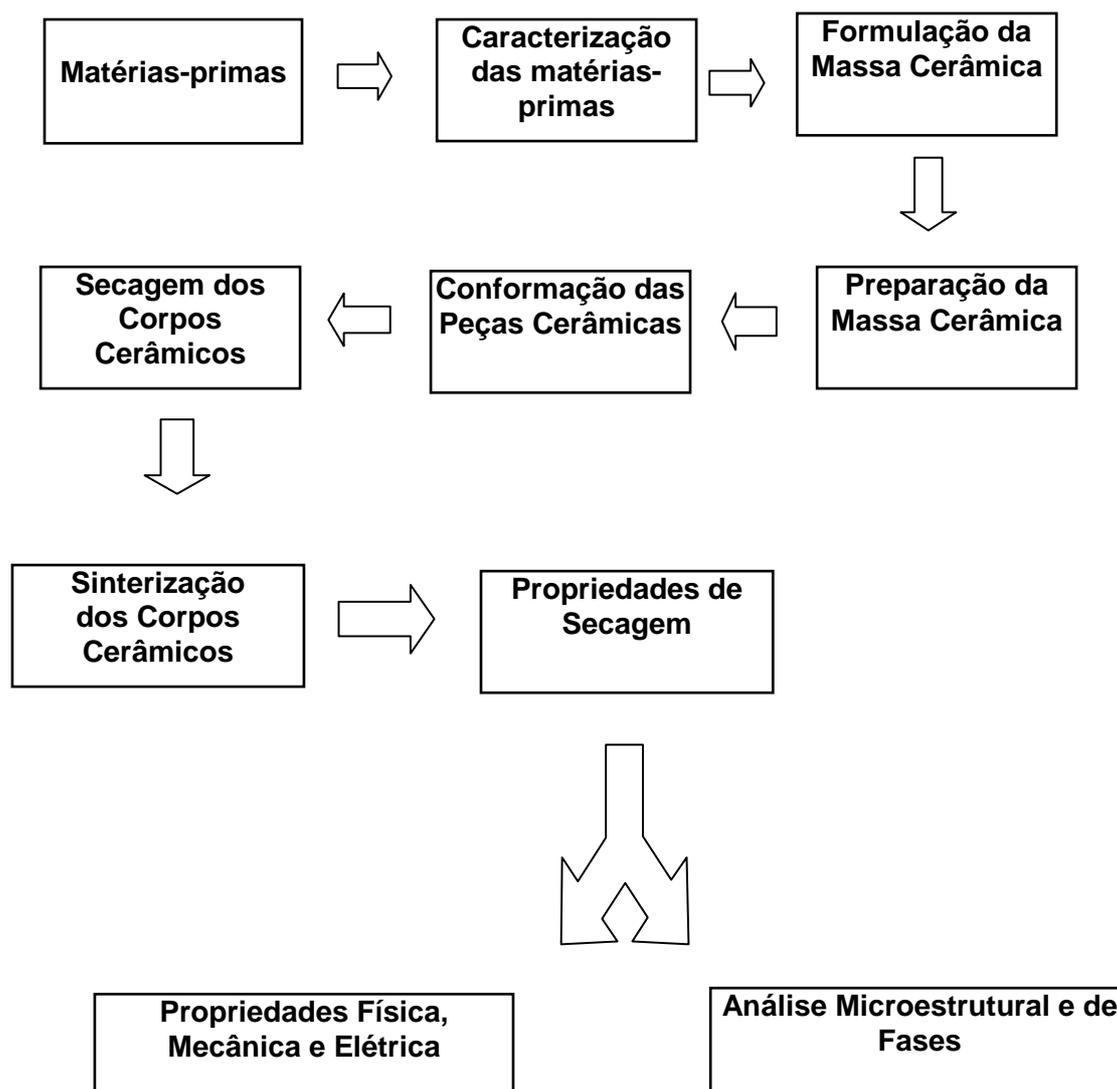


Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia experimental empregada.

3.1 – Matérias-Primas utilizadas

Neste trabalho foram utilizadas as seguintes matérias-primas: caulim, argila plástica, feldspato sódico (albita), alumina- α e resíduo de rocha ornamental.

O caulim e o feldspato sódico (albita) foram fornecidos pela empresa Armil Mineração do Nordeste LTDA, enquanto que a alumina- α foi fornecida pela ALCOA. A argila plástica é proveniente de Campos dos Goytacazes – RJ e foi fornecida pela Cerâmica São José. Já o resíduo de rocha ornamental é proveniente do processo de serragem e beneficiamento de rochas ornamentais na região de Santo Antônio de Pádua-RJ.

3.2 – Caracterização das Matérias-Primas

As matérias-primas empregadas neste trabalho foram submetidas à caracterização mineralógica, química e física.

3.2.1 – Caracterização mineralógica

A análise mineralógica do resíduo de rocha ornamental via difração de raios-X foi realizada em um difratômetro convencional marca Shimadzu, modelo XRD-700, utilizando-se radiação Cu-K α . A análise qualitativa das fases presentes foi efetuada através da comparação do ângulo de difração de Bragg, distância interplanar e da intensidade relativa dos principais picos, com fichas padrão JCPDS (JCPDS, 1995).

3.2.2 – Caracterização química

A composição química das matérias-primas foi determinada por fluorescência de raios-X. As concentrações dos seguintes óxidos foram determinadas: SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, MnO, MgO, CaO, K₂O e Na₂O. A perda ao fogo a 1000 °C foi determinada de acordo com a expressão (Gomes, 1988):

$$PF = \frac{M_s - M_c}{M_s} \times 100 \quad (3.1)$$

onde M_s é a massa da amostra seca a 110 °C e M_c é a massa da amostra calcinada a 1000 °C.

3.3 – Formulação e Preparação das Massas Cerâmicas

No presente trabalho foi utilizada uma massa cerâmica típica para porcelana elétrica aluminosa para uso como isoladores de alta tensão, consistindo de uma mistura de caulim, argila plástica, feldspato sódico e alumina. Essa massa que se constitui na massa de referência (MR) da presente dissertação de mestrado consiste de 20 % de caulim, 25 % de argila plástica, 35 % de feldspato sódico e 20 % de alumina (Norton, 1988; Chinelatto et al., 2004). As demais massas foram formuladas a partir da substituição gradual do fundente natural, no caso o feldspato sódico (albita), pelo resíduo de rocha ornamental (RRO), conforme mostrado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição das massas cerâmicas (% em peso).

Massa Cerâmica	Caulim	Argila Plástica	Alumina	Feldspato Sódico	RRO
MR	20	25	20	35	0
M10	20	25	20	25	10
M20	20	25	20	15	20
M30	20	25	20	5	30
M35	20	25	20	0	35

As massas cerâmicas foram preparadas pelo processo via seca. Inicialmente as matérias-primas foram secas em estufa até obtenção de umidade inferior a 0,5 %. Em seguida as matérias-primas foram moídas a seco, separadamente, utilizando-se um moinho de bolas, marca Gardelin, modelo 1A MB5, até que as matérias-primas atinjam uma granulometria que passe em peneira 325 mesh (45 μ m ABNT). As amostras foram pesadas conforme a formulação descrita na Tabela 3.1 e submetidas a um processo de mistura/homogeneização e granulação via seco. O processo de mistura foi feito usando um misturador cilíndrico durante 30 min. Após processo de mistura, as massas cerâmicas foram umidificadas com adição de aproximadamente 7 % de água e granuladas manualmente em uma peneira de

abertura de 40 mesh (420 μm ABNT). Por último, as massas cerâmicas foram armazenadas em sacos plásticos e colocadas em dessecador durante 24 horas para garantir uma boa homogeneização da umidade.

3.4 - Caracterização das Massas Cerâmicas

As seguintes características físicas das massas cerâmicas foram determinadas: distribuição de tamanho de grânulos, limites de consistência de Atterberg, massa específica aparente dos grânulos, massa específica vibrada (ρ_p), índice de Hausner (IH) e a morfologia dos grânulos.

A análise granulométrica foi feita seguindo a norma NBR 7181-84 (ABNT), através de uma combinação das técnicas de peneiramento e sedimentação. Os limites de consistência de Atterberg foram determinados segundo as normas NBR 6459-84 (limite de liquidez) e NBR 7180-84 (limite de plasticidade).

A massa específica aparente dos grânulos (ρ_g) foi determinada a partir da razão entre a massa de grânulos (M_g), em gramas, que ocupa o volume aparente (V_a), em cm^3 , de um recipiente cilíndrico de volume conhecido (copo de densidade). A massa específica vibrada (ρ_v) foi obtida mediante a vibração de um recipiente de volume conhecido (copo de densidade) ocupado pelos grânulos após vibração em 40 Hz durante 15 minutos. O índice de Hausner é definido como a razão entre a massa específica vibrada dos grânulos (ρ_v) e a massa específica aparente dos grânulos (ρ_g).

A morfologia e textura dos grânulos das massas cerâmicas preparadas foram observadas num microscópio eletrônico de varredura, marca Shimadzu, modelo SSX-550, utilizando-se uma voltagem de aceleração de elétrons de 15 kV. As amostras foram colocadas em porta-amostra, aderidas por uma fita dupla face de carbono. Este conjunto foi submetido à secagem em estufa por um período de duas horas a 60 °C, e então recoberto por uma fina camada condutora de ouro.

A determinação do percentual de resíduo das massas cerâmicas, em peneira de abertura de 63 μm , foi realizada submetendo 100 g de cada massa cerâmica a um peneiramento por via úmida. O material retido em peneira foi seco em estufa a 110 °C por 24 horas e pesado. O cálculo deste parâmetro foi feito a partir da seguinte expressão:

$$R_p (63 \mu\text{m}) = \frac{M_{Re}}{M_I} \times 100 \quad (3.2)$$

Onde R_p representa o resíduo a $63 \mu\text{m}$ (%), M_{Re} representa a massa, em gramas, retida na peneira e M_I representa a massa inicial da amostra em gramas.

3.5 – Conformação dos Corpos Cerâmicos

A preparação dos corpos cerâmicos foi feita por prensagem uniaxial em matriz de aço inoxidável com cavidade circular, em prensa hidráulica, marca Schwing Siwa, modelo PHMA, capacidade máxima de 15 toneladas. A massa de pó foi então prensada uniaxialmente a 50 MPa, na forma de pastilhas com diâmetro de 16 mm e altura de 10 mm.

3.6 – Secagem dos Corpos Cerâmicos

Neste trabalho a secagem dos corpos cerâmicos foi feita em estufa na temperatura de $110 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 24h. Em seguida foram determinadas as seguintes propriedades após a etapa de secagem: retração linear de secagem, massa específica bulk.

A retração linear de secagem (RL_s) dos corpos cerâmicos foi determinada de acordo com a norma MB-305 (ABNT) pela seguinte expressão:

$$RL_s = \frac{L_u - L_s}{L_u} \times 100 \quad (3.3)$$

Onde L_u representa o diâmetro do corpo cerâmico úmido e L_s o diâmetro do corpo cerâmico seco. As medidas foram realizadas com auxílio de um paquímetro digital, ($\pm 0,01 \text{ mm}$).

A determinação da massa específica *bulk* (ρ_b) dos corpos cerâmicos após secagem foi obtida de acordo com a seguinte expressão:

$$\rho_b = \frac{M_s}{V_s} \quad (3.4)$$

Onde M_s representa a massa, em gramas, dos corpos cerâmicos secos e V_s é o volume, em cm^3 , dos corpos cerâmicos secos.

3.7 – Sinterização dos Corpos Cerâmicos

Os corpos cerâmicos foram sinterizados ao ar em forno elétrico tubular, marca BP Engenharia. As temperaturas de sinterização empregadas foram 1250, 1300, 1350, 1400 e 1450 °C. A taxa de aquecimento foi de 300 °C/h até 1000 °C e 200 °C/h até atingir a temperatura de patamar. A taxa de resfriamento foi de 200 °C/h. O tempo de sinterização na temperatura de patamar é de 1 h.

3.8 – Análise das Propriedades dos Corpos Cerâmicos Sinterizados

As seguintes propriedades de interesse tecnológico foram analisadas: retração linear, absorção de água, massa específica aparente, porosidade aparente, resistência à compressão e resistividade elétrica.

3.8.1 – Retração linear

A retração linear após sinterização (RLs) foi determinada de acordo a norma MB-305 (ABNT) a partir da expressão:

$$RLs = \frac{L_s - L_q}{L_s} \times 100 \quad (3.5)$$

Onde L_s representa o diâmetro do corpo cerâmico seco e L_q é o diâmetro do corpo cerâmico queimado.

3.8.2 – Absorção de água

A absorção de água foi determinada de acordo com a norma C 373-72 (ASTM, 1989). O procedimento consistiu na secagem dos corpos cerâmicos em estufa a 110°C por um período suficiente para a obtenção de peso constante, resfriamento em dessecador, pesagem dos corpos cerâmicos secos e imersão num recipiente contendo água destilada. A água é aquecida e mantida em ebulição por um período de duas horas. Após eliminação do excesso de água superficial com um pano umedecido, os corpos cerâmicos são pesados, e a absorção de água (AA) determinada pela seguinte expressão:

$$AA = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (3.6)$$

Onde M_u representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água e M_s representa a massa (g) dos corpos cerâmicos secos.

3.8.3 - Massa específica aparente

A massa específica aparente dos corpos cerâmicos é determinada de acordo com a norma C373-88 (ASTM, 1994) de acordo com a expressão:

$$MEA = \frac{M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (3.7)$$

Onde M_u representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água, M_s representa a massa (g) dos corpos cerâmicos secos e M_i representa a massa (g) do corpo cerâmico imerso em água.

3.8.4 - Porosidade aparente

A porosidade aparente (PA) dos corpos cerâmicos é determinada de acordo com a norma C373-88 (ASTM), a partir da expressão:

$$PA = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (3.8)$$

Onde M_u representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água e M_s representa a massa (g) dos corpos cerâmicos secos e M_i representa a massa (g) do corpo cerâmico imerso em água, que será medida pelo método da balança hidrostática.

3.8.5 – Resistência à tração pelo método de compressão diametral

As pastilhas utilizadas neste trabalho foram submetidas a ensaio de compressão diametral com o auxílio de uma máquina de ensaios universal, marca Instron, modelo 5582, com velocidade de carregamento de 0,5 mm.min. A resistência à compressão das pastilhas foi então obtida a partir da seguinte expressão:

$$\sigma_c = \frac{2F}{\pi d t} \quad (3.9)$$

Onde: σ_c = tensão compressiva de ruptura, em MPa; F = carga de ruptura, em N; d = diâmetro das pastilhas, em mm; t = altura das pastilhas cilíndricas, em mm.

3.8.6 – Resistividade elétrica de volume

A resistividade elétrica de volume das peças de porcelana aluminosa foi determinada de acordo com procedimentos padronizados. Estes procedimentos consistem em ensaio de resistividade de duas pontas (sanduíche), onde foi utilizado um multímetro com 8 e ½ dígitos, marca Argilent Technologies 3458 A, uma fonte de

tensão programável marca Tektronix P 52520 G, e duas chapas condutoras envolvendo as amostras que foram pintadas com tinta de prata condutiva.

A resistividade elétrica (ρ) é uma grandeza que está relacionada a um impedimento sofrido pelos portadores de carga elétrica, porém é uma propriedade intrínseca da matéria, sendo independente das dimensões do corpo usado. Pode - se definir matematicamente a resistividade DC por :

$$\rho = \frac{R_{an.} \cdot A}{L} \quad (3.10)$$

Onde: ρ = Resistividade ($\Omega \cdot \text{cm}$), A = área da seção do material (cm^2), L = espessura do material (cm).

3.9 – Análises de Fases e Microestrutura

A análise de fases das amostras sinterizadas foi feita por difração de raios-X. Os experimentos de difração de raios-X foram realizados em um difratômetro convencional marca Shimadzu, modelo XRD-7000, utilizando-se radiação Cu-K α . Foram identificadas as fases cristalinas presentes nas amostras sinterizadas. Isto é muito importante para o entendimento do comportamento de densificação, propriedades físicas e comportamento elétrico das peças de porcelana aluminosa.

A evolução da microestrutura sinterizada das peças foi acompanhada via microscopia eletrônica de varredura. As amostras após terem sido fraturadas foram coladas com fita de carbono em moedas de cobre e metalizadas com uma fina camada de ouro. Foi usado um microscópio eletrônico de varredura, marca Shimadzu, modelo SSX-550, utilizando-se uma voltagem de aceleração de elétrons de 15 kV.

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – Análises da composição química das matérias-primas

Na Tabela 4.1 são mostrados os resultados da composição química para as matérias-primas utilizadas neste trabalho.

Tabela 4.1 – Composição química das matérias-primas (% em peso).

Matérias-Primas	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	TiO₂	CaO	MgO	K₂O	Na₂O	MnO	P.F
Caulim	49,7	33,74	0,22	<0,01	0,30	0,061	1,97	0,52	-	14,01
Alumina	0,027	99,7	0,022	–	–	–	–	0,12	–	0,05
Albita	69,55	18,82	0,14	0,017	0,17	0,09	1,47	9,63	-	0,32
Resíduo	66,43	17,26	3,70	0,83	2,23	0,32	7,49	1,01	0,08	0,65
Argila	46,74	36,09	9,68	1,71	0,50	-	2,94	–	0,07	10,95

PF = perda ao fogo

De acordo com os resultados obtidos para composição química do caulim, os valores encontrados para SiO₂ e Al₂O₃ aproximam-se dos valores teóricos da caulinita pura. Isto indica que o caulim usado é constituído principalmente por este argilomineral (Carneiro et al., 2003). O conteúdo de SiO₂ presente no caulim é devido aos materiais de silicato (caulinita e mica moscovita) e à sílica livre (quartzo) (Santos, 1989).

Os valores encontrados para o óxido de ferro (Fe₂O₃) e óxido de titânio (TiO₂) são baixos e estão relacionados à presença de minerais acessórios como hematita (Fe₂O₃), goethita (FeOOH), anatásio ou rutilo (TiO₂), ilmenita (FeTiO₃), dentre outros, ou a substituição isomórfica do Al em ambos os casos (Carneiro et al., 2003).

Os conteúdos de óxidos alcalinos terrosos (CaO e MgO), apresentaram resultados baixos, e estão associados à presença de carbonato de cálcio (CaCO₃), carbonato de magnésio (MgCO₃) ou carbonato duplo de cálcio e magnésio (CaMg(CO₃)₂) (Santos, 1989).

Os óxidos alcalinos (K_2O e Na_2O) encontrados na amostra de caulim, obtiveram resultados relativamente baixos. Estes óxidos estão fundamentalmente associados à presença de mica moscovita, cuja composição nominal é dada por: $(K, Na)(Al, Mg, Fe)_2(Si_{3-1}Al_{0,9})O_{10}(OH)_2$ (Santos, 1989). Estes óxidos são agentes fundentes, e são fundamentais para a vitrificação de materiais de porcelanas.

O feldspato sódico (albita) utilizado neste trabalho é constituído basicamente por SiO_2 , Al_2O_3 e Na_2O . O elemento Na_2O , óxido de sódio, é responsável por valores de viscosidade menores, que são eficientes para promover a fase líquida. A viscosidade desta fase líquida é uma função da proporção entre óxidos formadores (SiO_2 e Al_2O_3) e óxidos modificadores de rede (Na_2O e K_2O), sendo o K_2O formador de eutéticos em temperaturas mais baixas (Riella et al., 2002).

A composição química do resíduo de rocha ornamental mostra uma quantidade representativa de óxido alcalino (K_2O), igual a 7,49 % em peso. Isso confirma o potencial fundente desse material, indicando também que este resíduo é proveniente de corte de rochas graníticas (Studart et al., 1996).

O resíduo também é constituído por SiO_2 , Al_2O_3 e quantidades menores de óxidos de ferro, titânio, cálcio e manganês. As presenças de Fe_2O_3 e CaO , na amostra podem estar provavelmente relacionados a granalha e a lama aquosa usados como abrasivo e lubrificante durante o processo de corte das rochas ornamentais.

A argila vermelha usada é constituída principalmente por SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 . A utilização da razão sílica/alumina serve como um parâmetro indicativo do conteúdo de argilominerais presentes numa argila. A argila apresentou uma razão sílica/alumina de aproximadamente 1,29. Este valor encontrado é próximo das argilas da região de Campos dos Goytacazes. Normalmente estas argilas apresentam valores da razão sílica/alumina, compreendidos dentro de um intervalo de 1,17 a 1,74. Quanto menor for esta razão, menor será o teor de sílica livre e maior será o teor de argilominerais presentes na argila e maior será sua plasticidade (Souza et al., 2002).

A argila também é constituída por uma quantidade apreciável de óxido de ferro (Fe_2O_3). O ferro pode estar presente na argila na forma de hidróxidos, como a goethita ($\alpha-Fe_2O_3 \cdot H_2O$), ou em substituição parcial do alumínio na rede cristalina dos argilominerais (Souza et al., 2002).

Os teores de óxidos alcalinos ($K_2O + Na_2O$) são baixos, podendo estar fazendo parte de componentes como feldspato, micas ou na estrutura cristalina de argilominerais como illita. Os teores de óxidos alcalinos terrosos ($CaO + MgO$), também são muito baixos, os quais podem estar associados a presença de $CaCO_3$ (calcita), e $CaMg(CO_3)_2$ (dolomita). Assim a argila apresentou uma natureza não carbonática (Manhães et al., 2002).

A composição química da alumina indica que a alumina usada neste trabalho é de alta pureza (99,7%), sendo constituída quase que completamente de Al_2O_3 . Devido às suas características físico-químicas a alumina calcinada APC pode ser utilizada em diversas aplicações, como vidro, cerâmica de alta alumina e isoladores elétricos. Sua função na formulação de isoladores é de elevar a resistividade elétrica.

A análise mineralógica do resíduo de rocha ornamental via difração de raios-X é apresentada na Figura 4.1. As seguintes fases cristalinas foram identificadas: quartzo, feldspato potássico, feldspato sódico, mica, calcita e hematita. Estes resultados estão de acordo com a composição química do resíduo (Tabela 4.1).

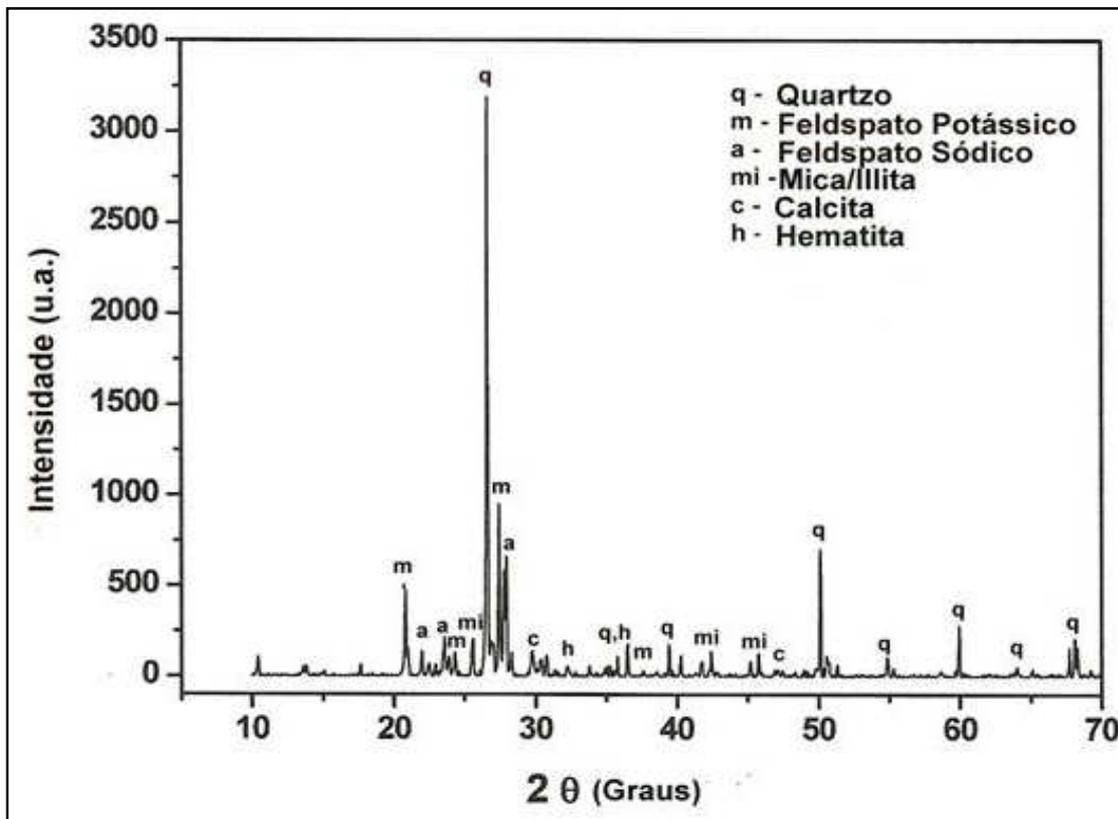


Figura 4.1 – Difratograma de raios- X do resíduo de rocha ornamental.

A Figura 4.2 apresenta a morfologia das partículas da alumina obtida via microscopia eletrônica de varredura (ALCOA, 2009).

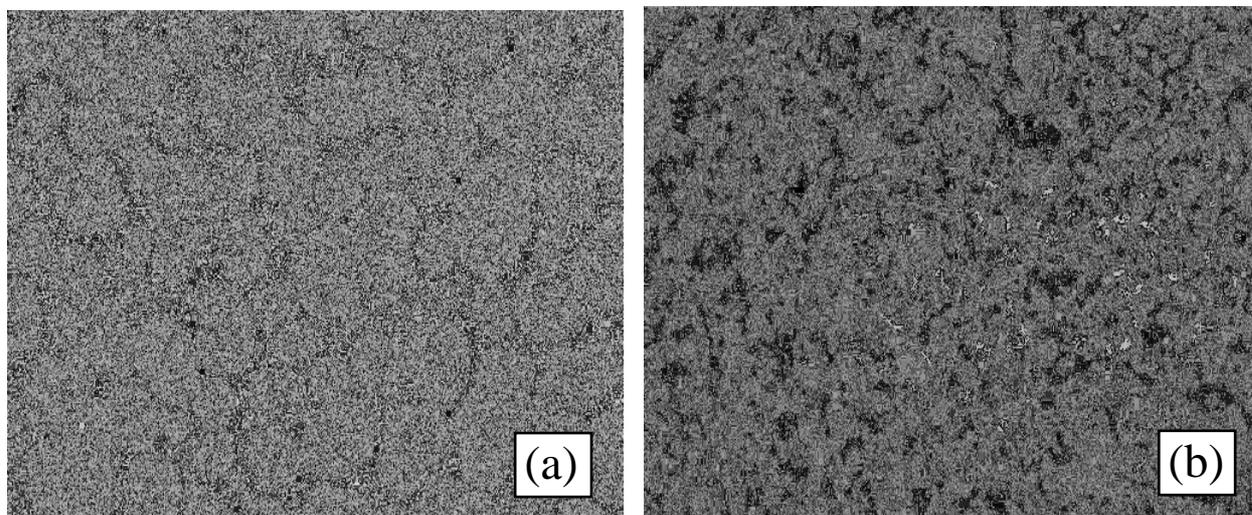


Figura 4.2- Morfologia das partículas de alumina: (a) 300 X (b) 3000 X.

Pode-se observar que o pó de alumina de grânulos arredondados e com superfície rugosa. Verifica-se também uma distribuição de tamanho de grânulos relativamente estreita.

4.2 - Caracterização das massas cerâmicas

As distribuições de tamanho de grânulos das massas cerâmicas preparadas, obtidas por peneiramento, são apresentadas nas Figuras 4.3 – 4.7.

Os resultados mostram que as massas apresentaram pequenas alterações nas faixas de tamanho de interesse de acordo com a substituição do feldspato sódico pelo resíduo de rocha ornamental. Verifica-se que todas as massas cerâmicas preparadas apresentaram tamanho de grânulos concentrados na faixa em torno de 150 μm . Isto mostra um baixo percentual de partículas grosseiras, além de bom nível de cominuição. Isto é importante, pois quanto mais fina for à granulometria da massa, maior será a reatividade das partículas durante a sinterização, além de favorecer também as reações de formação de novas fases cristalinas assim melhorando as propriedades físicas e mecânicas.

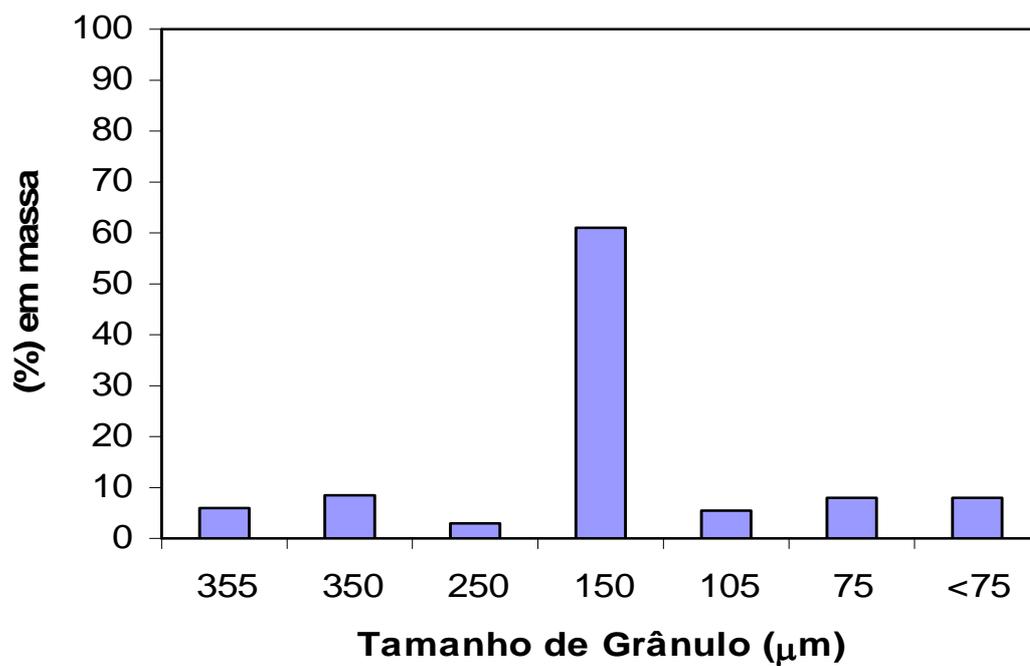


Figura 4.3 – Distribuição de tamanho de grânulos para massa cerâmica MR.

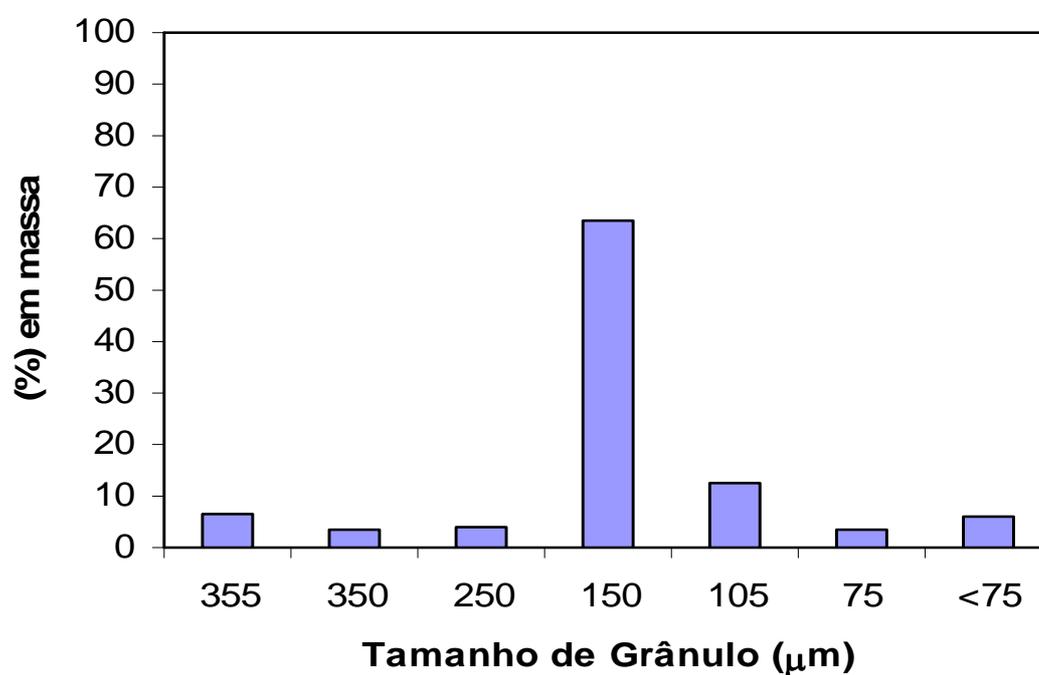


Figura 4.4 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M10.

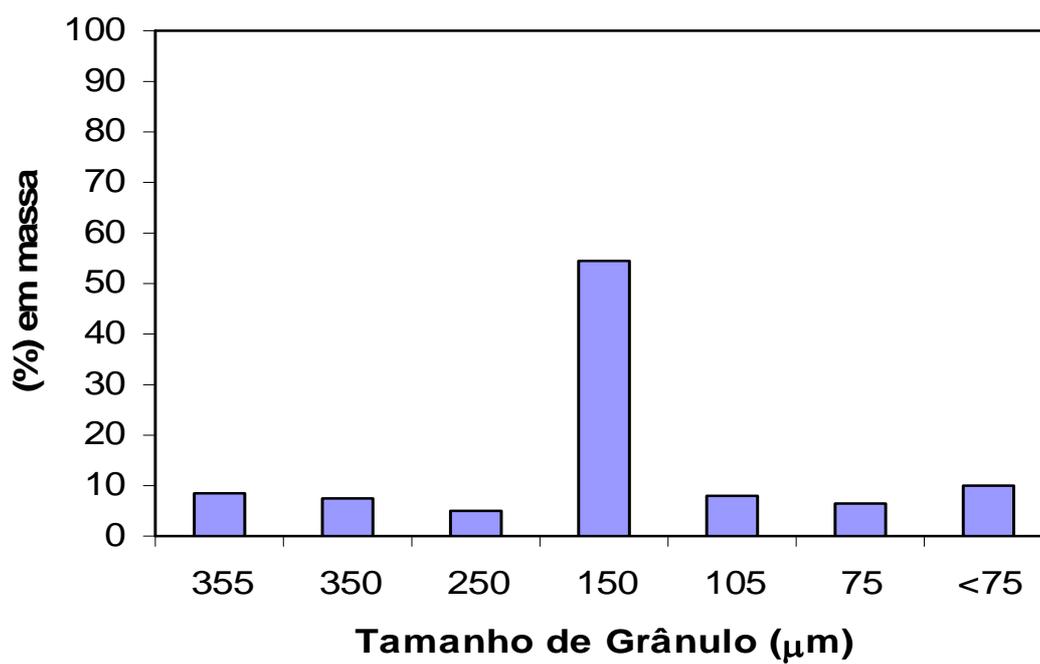


Figura 4.5 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M20.

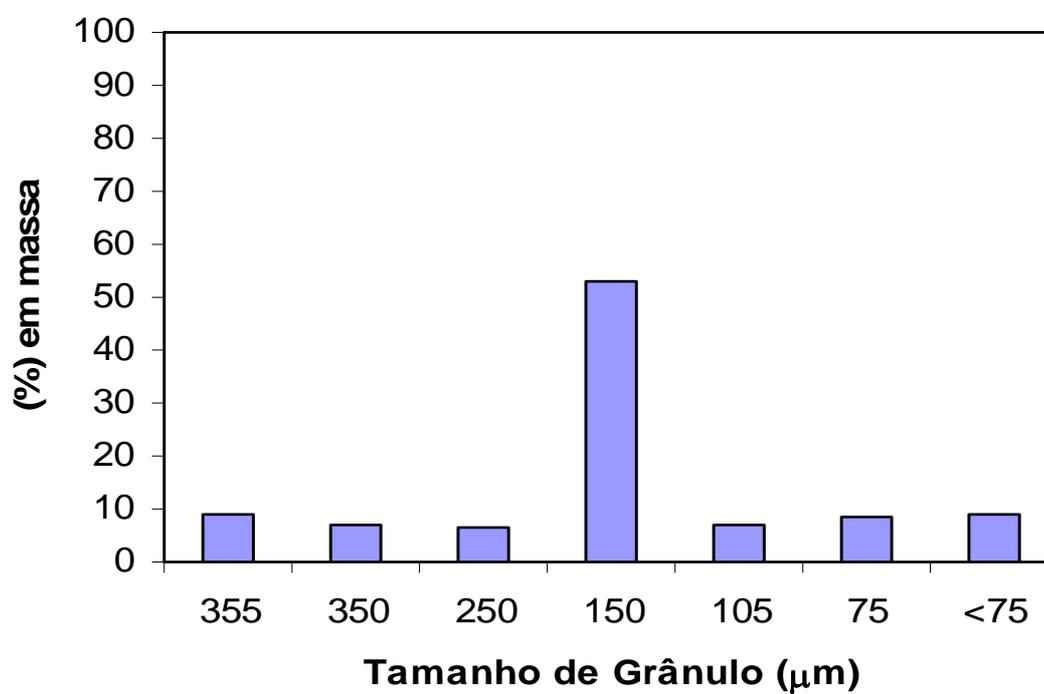


Figura 4.6 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M30.

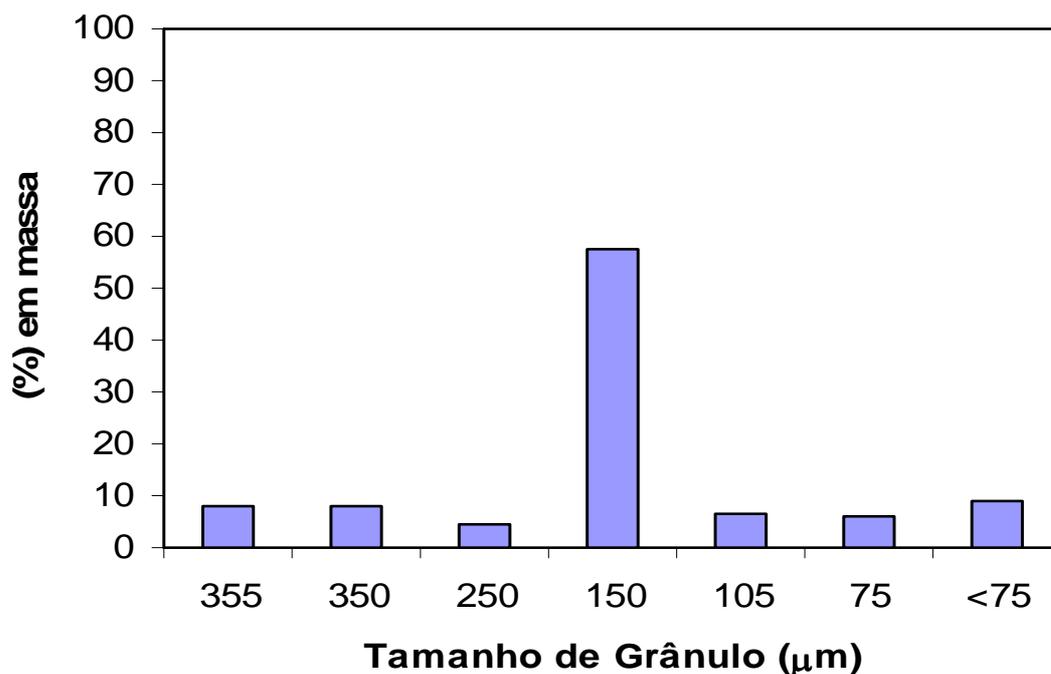


Figura 4.7 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica M35.

Na Tabela 4.2 são apresentados os limites de consistência de Atterberg para cada massa cerâmica estudada. Nota-se que a incorporação do resíduo de rocha ornamental provocou um pequeno aumento na plasticidade geral das massas cerâmicas.

Tabela 4.2 – Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas.

Massa Cerâmica	Limite de Liquidez (%)	Limite de Plasticidade (%)	Índice de Plasticidade (%)
MR	36,2	20,4	15,8
M10	37,0	21,8	15,2
M20	38,2	20,3	18,0
M30	38,4	20,9	17,5
M35	38,8	21,7	17,1

As Figuras 4.8 - 4.10 apresentam as morfologias dos grânulos obtidas via microscopia eletrônica de varredura das massas cerâmicas MR, M20, e M35, respectivamente.

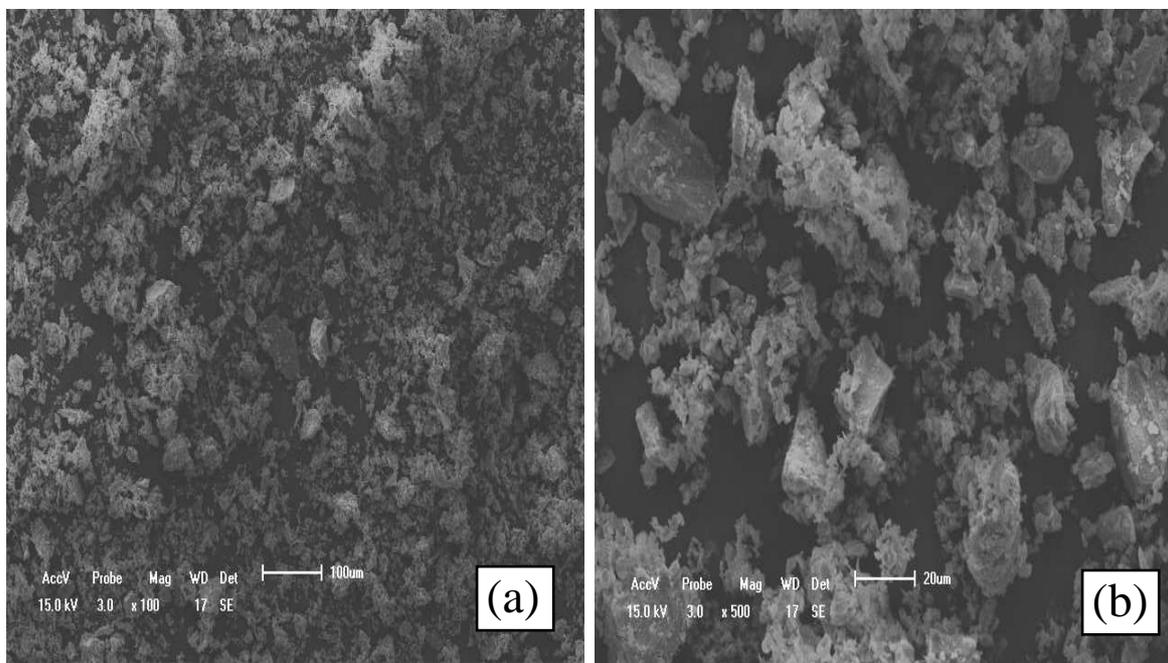


Figura 4.8 – Morfologia dos grânulos da massa cerâmica MR (a) 100 X (b) 500 X.

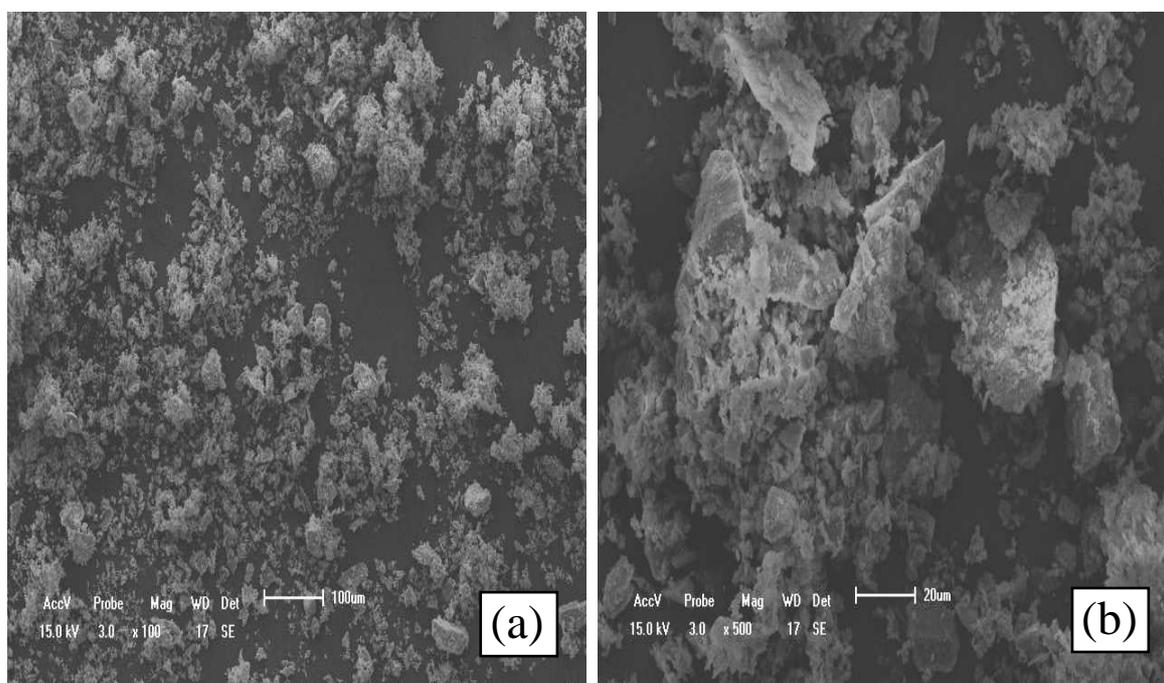


Figura 4.9– Morfologia dos grânulos da massa cerâmica M20 (a) 100 X (b) 500 X.

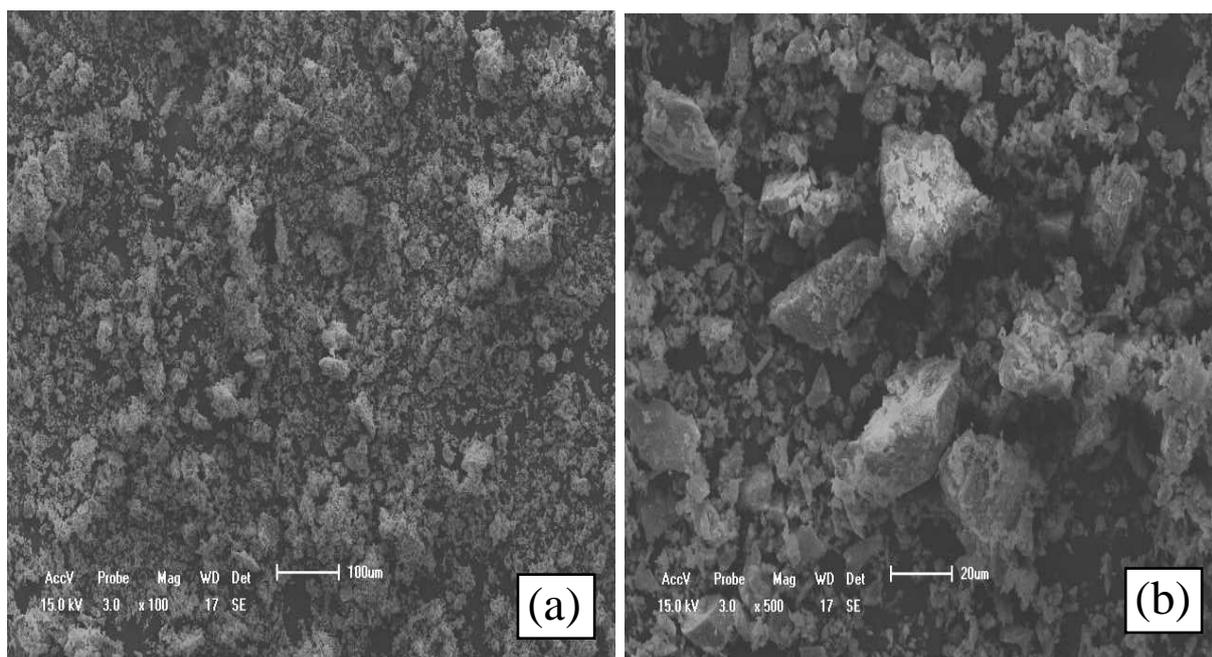


Figura 4.10 – Morfologia dos grânulos da massa cerâmica M35 (a) 100 X (b) 500 X.

Nota-se que a morfologia dos grânulos aparece de forma irregular. Isto ocorre porque os grânulos são formados a partir da umidificação das partículas que se aglomeram em torno de um núcleo. A principal causa desta aglomeração é a coesão entre as camadas de umidade que cobrem as partículas (Sampaio et al., 2007).

Na Tabela 4.3 são apresentados os valores obtidos para a massa específica aparente dos grânulos (MEAG), massa específica vibrada (MEVB) e índice de Hausner (IH) das massas cerâmicas preparadas.

Os resultados mostram que as massas cerâmicas apresentam uma massa específica vibrada superior a massa específica aparente dos grânulos. Este fato ocorreu devido à capacidade da massa granulada submetida à vibração escoar de modo a preencher melhor os espaços vazios no recipiente, obtendo assim um maior empacotamento (Sampaio et al., 2006).

Tabela 4.3 – Parâmetros físicos das massas cerâmicas preparadas.

Massa Cerâmica	Características dos Pós		
	MEAG (g/cm ³)	MEVB (g/cm ³)	IH
MR	0,611	0,629	1,029
M10	0,608	0,624	1,026
M20	0,526	0,532	1,011
M30	0,520	0,530	1,009
M35	0,519	0,523	1,007

O índice de Hausner das massas cerâmicas corresponde à relação MEVB/MEAG, que está fundamentalmente relacionado à escoabilidade do pó. O índice de Hausner se aproximou de um (1), à medida que a porcentagem de resíduo foi aumentando, indicando uma boa fluidez da massa cerâmica obtida pelo processo via seca.

4.3 – Propriedades após processo de secagem

A Tabela 4.4 apresenta os valores de retração linear de secagem (RLs) e a massa específica bulk (MEB) dos corpos cerâmicos. O comportamento destas propriedades é melhor visualizado nas Figuras 4.11 e 4.12.

Tabela 4.4 – Propriedades dos corpos cerâmicos após secagem.

Massa Cerâmica	Propriedades de Secagem	
	MEB (g/cm ³)	RLs (%)
MR	1,69	0,22
M10	1,77	0,21
M20	1,75	0,24
M30	1,76	0,21
M35	1,79	0,16

Pode-se observar na tabela 4.4, que o efeito da adição do resíduo de rocha ornamental foi o de aumentar a massa específica bulk dos corpos cerâmicos. Isto se deve ao fato do resíduo contribuir para um maior empacotamento das massas granuladas. Verifica-se que os corpos cerâmicos apresentaram baixo valor de retração linear durante o processo de secagem. Isto é importante uma vez que contribui para evitar trincas, fissuras e empenamento no corpo cerâmico.

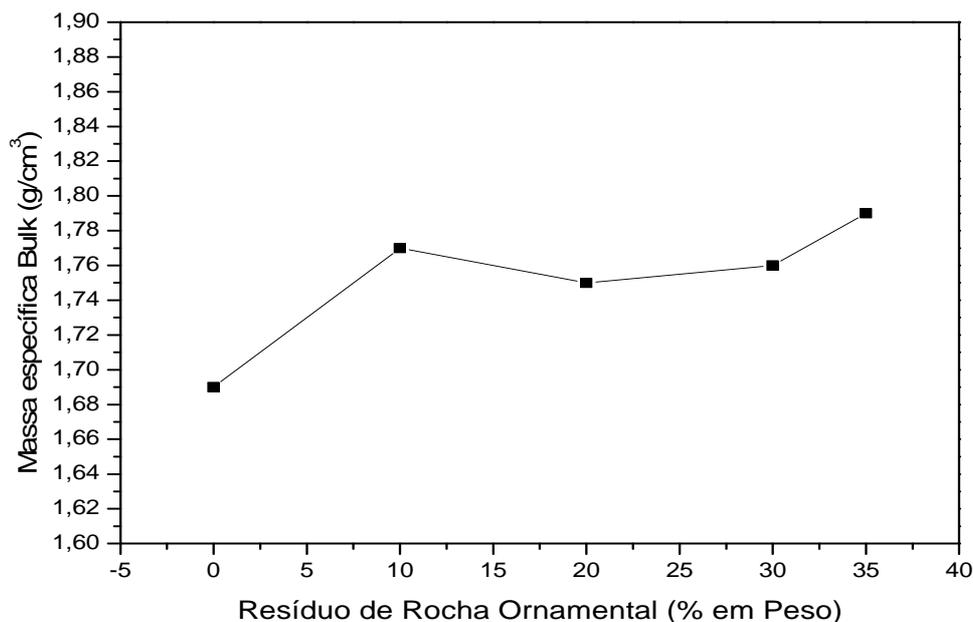


Figura 4.11 – Massa específica Bulk dos corpos cerâmicos após secagem.

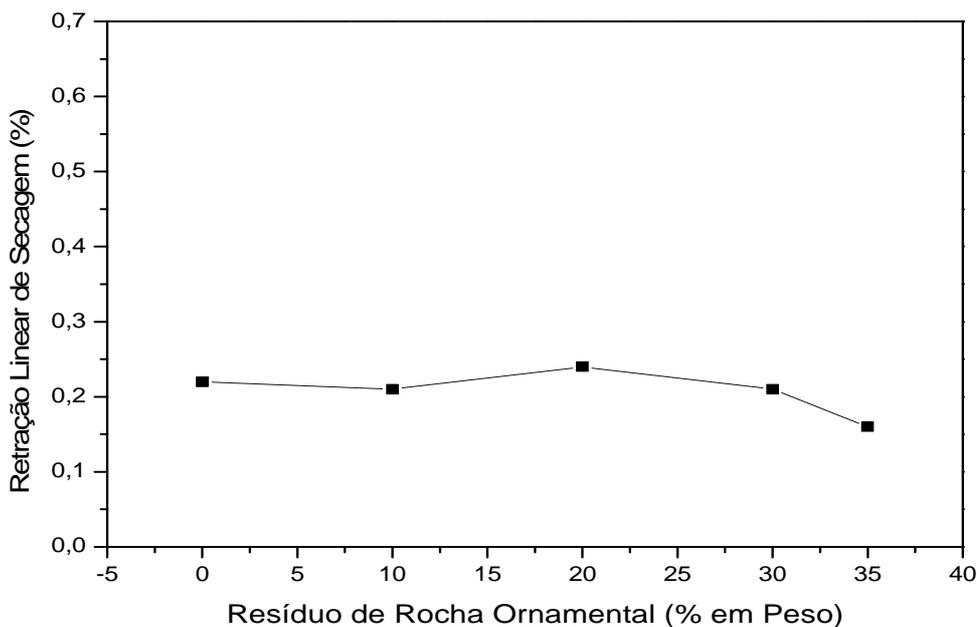


Figura 4.12- Retração linear dos corpos cerâmicos após secagem.

4.4 – Propriedades tecnológicas após sinterização

No presente trabalho foram determinadas as seguintes propriedades tecnológicas das peças cerâmicas sinterizadas: retração linear, absorção de água, massa específica aparente, porosidade aparente, resistência á tração pelo método de compressão diametral e resistividade elétrica.

Na Tabela 4.5 são apresentados os valores de retração linear de queima (RLs) das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C á 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, foi construído o gráfico da retração linear, conforme mostrado na Figura 4.13.

Tabela 4.5 – Retração linear (RLs) das peças cerâmicas.

Amostras	Retração Linear de Queima (%)				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	2,11	8,54	11,49	11,14	6,82
M10	6,61	10,17	11,47	11,47	6,47
M20	8,72	10,81	11,64	10,46	6,48
M30	7,57	9,19	10,64	10,96	5,79
M35	8,88	10,2	10,96	10,44	6,64

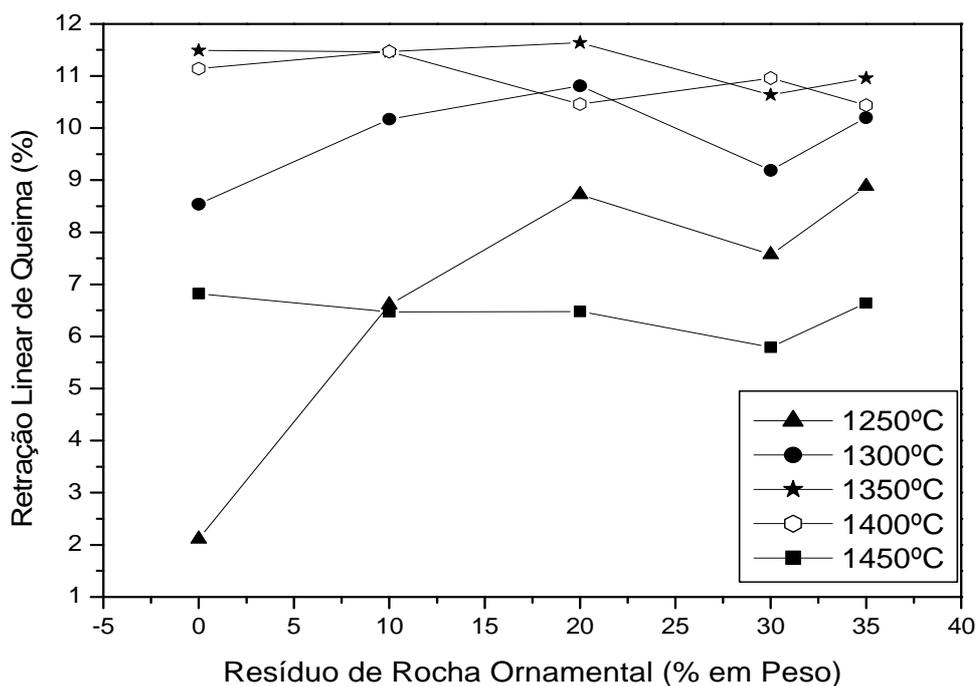


Figura 4.13 – Retração linear de queima em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.

Pode-se observar na figura 4.13, que a retração linear das peças cerâmicas é influenciada tanto pela adição do resíduo, quanto pela temperatura de sinterização. Em geral as peças de porcelana aluminosa apresentaram boa estabilidade dimensional. Em 1250 °C tem-se que a retração linear aumenta significativamente para as peças cerâmicas contendo resíduo. A massa cerâmica de referência (MR) apresenta RLs = 2,11 %, enquanto que as peças incorporadas apresentam valores de RLs = 6,61 % (M10) – 8,88 % (M35). Em 1300 °C a retração linear aumenta até incorporação de 20 % em peso de resíduo (M20). Em seguida a incorporação de mais resíduo tende a diminuir a retração linear das peças. Em 1350 °C a retração linear segue o mesmo comportamento anterior. No entanto, em 1400 °C a retração linear aumenta somente até 10 % em peso de resíduo (M10), e em 1450 °C a adição de resíduo provoca uma pequena redução na retração linear das peças cerâmicas. Isto indica claramente que o resíduo de rocha ornamental utilizado tende a influenciar significativamente o grau de sinterização das peças cerâmicas. As razões para isso estão relacionadas fundamentalmente às suas composições químico-

mineralógicas. Quando comparado ao feldspato sódico, o resíduo de rocha ornamental é mais rico em compostos fundentes ($K_2O + Na_2O + Fe_2O_3 + CaO$). Isto resulta na formação de uma maior quantidade de fase vítrea de menor viscosidade, que contribui para maior densificação das peças cerâmicas.

Verifica-se também para todas as massas cerâmicas que o efeito da temperatura de sinterização é o de aumentar a retração linear das peças de porcelana aluminosa. Este efeito se deve a maior densificação provocada pela menor viscosidade da fase vítrea, que resulta numa maior sinterabilidade das peças de porcelana. Verifica-se, ainda, que em altas temperaturas (1400 e 1450 °C) a retração linear tende a diminuir. Isto se deve ao fenômeno de inchamento das peças cerâmicas.

Na Tabela 4.6 são apresentados os valores de absorção de água (AA) das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C á 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, foi construído o gráfico da absorção de água, conforme mostrado na Figura 4.14.

Tabela 4.6 – Absorção de Água (AA) das peças cerâmicas.

Amostras	Absorção de Água (%)				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	9,43	6,05	0,003	0,76	3,33
M10	8,38	3,01	0,003	0,75	2,50
M20	6,30	3,67	0,500	0,56	2,71
M30	6,01	2,50	0,380	0,57	2,40
M35	5,57	3,20	0,560	1,22	3,28

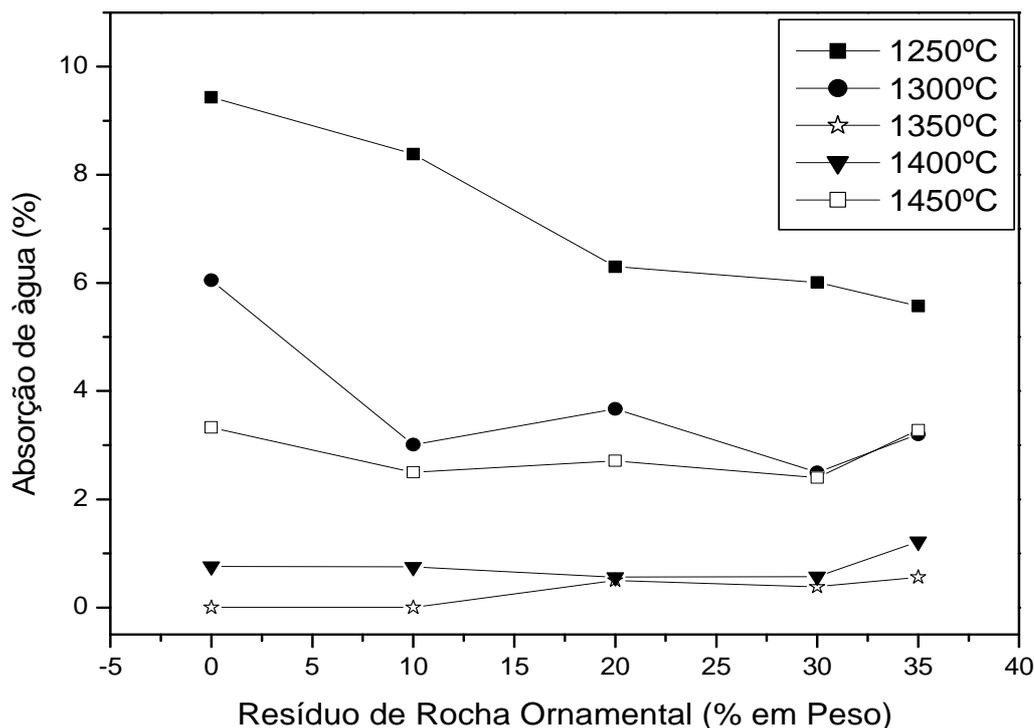


Figura 4.14 – Absorção de água em função da adição do resíduo e temperatura de sinterização.

Os resultados mostram que os valores de absorção de água das peças cerâmicas são fortemente influenciados pela adição do resíduo e pela temperatura de sinterização. Em geral tem-se uma diminuição da absorção de água com a adição do resíduo. No entanto, em 1350 °C tem-se o efeito contrário, ou seja, aumento da absorção de água com a adição do resíduo. Isto é interessante pelo fato de que nesta temperatura as massas MR e M10 apresentam valores de absorção de água praticamente nulos (~ 0,003 %). Em seguida mais adição de resíduo implica num aumento da absorção de água. Por outro lado, o efeito da temperatura de sinterização é o de diminuir a absorção de água devido a maior densificação das peças de porcelana aluminosa. Isto está de acordo com os resultados de retração linear.

A absorção de água é uma propriedade física usada em normas técnicas para especificar produtos cerâmicos para aplicações diversas. Em particular as porcelanas elétricas devem apresentar um valor de absorção de água $\leq 0,5$ %. Neste contexto, as peças de porcelanas aluminosas estudadas neste trabalho sinterizadas a 1350 °C são as mais apropriadas para este tipo de aplicação.

Na Tabela 4.7 são apresentados os valores de massa específica aparente (MEA) das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C à 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, foi construído o gráfico da massa específica aparente, conforme mostrado na Figura 4.15.

Tabela 4.7 – Massa específica Aparente (MEA) das peças cerâmicas.

Amostras	Massa Específica Aparente (g/cm ³)				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	1,85	2,27	2,53	2,45	2,34
M10	2,21	2,47	2,53	2,48	2,38
M20	2,26	2,49	2,53	2,49	2,38
M30	2,33	2,39	2,46	2,48	2,33
M35	2,34	2,45	2,50	2,45	2,31

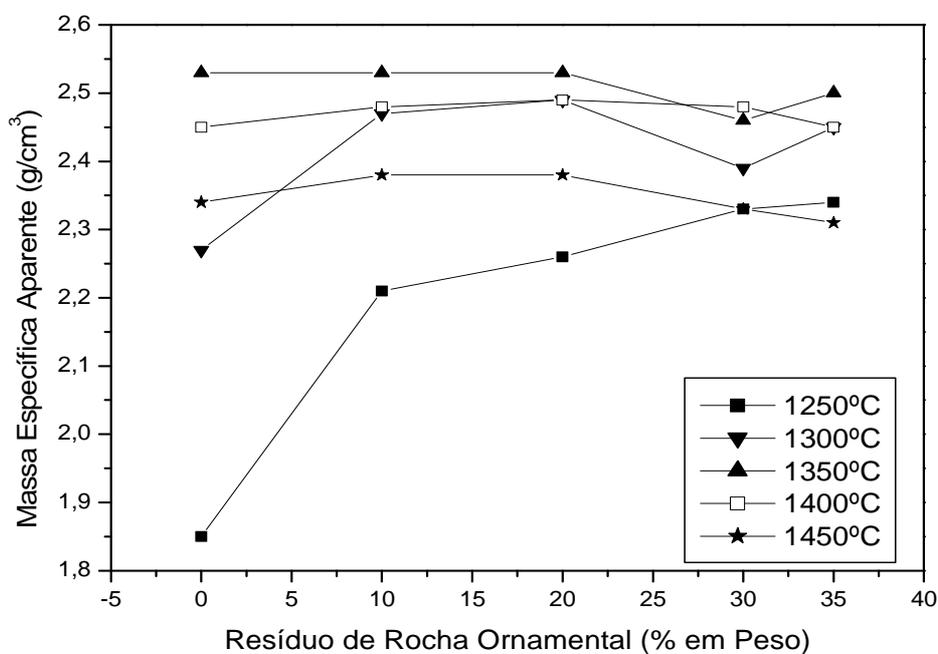


Figura 4.15 – Massa específica aparente em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.

Os resultados mostram que a adição do resíduo influenciou o comportamento de densificação das peças cerâmicas. Em 1250 °C o efeito da adição do resíduo foi o de promover uma maior densificação das peças cerâmicas: 1,85 g/cm³ (MR) – 2,34 g/cm³ (M35). A fase vítrea formada infiltrou por forças de capilaridade na porosidade aberta da estrutura da peça, e quando resfriada se transformou em um vidro. Entre 1300 – 1450 °C, no entanto, a MEA das peças aumenta até 20 % em peso (M20). Em seguida a MEA tende a diminuir com mais adição de resíduo, resultando no inchamento das peças de porcelana elétrica aluminosa. Este comportamento é similar ao observado para a retração linear (Fig. 4.14). Isto se deve muito provavelmente a formação de porosidade fechada na estrutura das peças cerâmicas.

Na Tabela 4.8 são apresentados os valores de porosidade aparente (PA) das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C á 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, foi construído o gráfico da porosidade aparente, conforme mostrado na Figura 4.16.

Os resultados mostram que a porosidade aparente das peças cerâmicas apresentou um comportamento muito similar ao observado para a massa específica aparente. Verifica-se que em 1350 °C foram obtidos os menores valores de porosidade aparente (PA = 1,08 – 2,38 %).

Tabela 4.8 – Porosidade Aparente (PA) das peças cerâmicas.

Amostras	Porosidade Aparente (%)				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	33,77	12,94	1,08	3,10	7,34
M10	18,42	6,10	1,74	2,36	7,05
M20	14,22	8,53	1,67	2,29	6,89
M30	13,87	6,23	2,38	3,18	6,01
M35	12,90	7,46	1,45	3,08	5,87

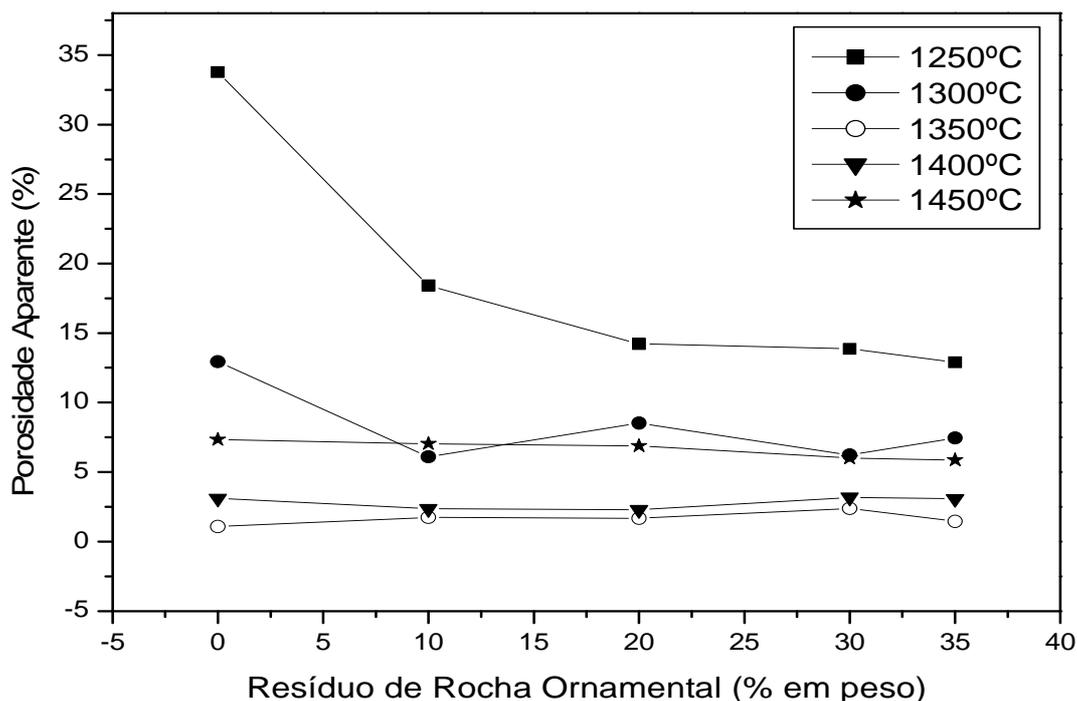


Figura 4.16 – Porosidade aparente em função da adição de resíduo e da temperatura de sinterização

Na Tabela 4.9 são apresentados os valores de resistência à tração pelo método de compressão diametral das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C á 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, foi construído o gráfico da resistência à tração, conforme mostrado na Figura 4.17.

Pode-se observar que, em geral, tem-se que os valores de resistência à tração são obtidos para peças contendo mais altas concentrações de resíduo e mais altas temperaturas de sinterização. Este comportamento reflete os efeitos da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, que contribuiriam para melhorar a densificação das peças cerâmicas. De forma que a resistência mecânica apresenta boa correlação com as demais propriedades físicas estudadas.

Tabela 4.9 – Resistência à tração pelo método de compressão diametral das peças cerâmicas.

Amostras	Resistência à tração pelo método de compressão diametral (MPa)				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	5,17	14,67	19,19	20,62	17,4
M10	17,53	16,39	20,26	17,04	16,58
M20	16,42	18,10	19,01	19,84	18,12
M30	18,6	20,44	22,93	25,09	19,52
M35	18,76	20,17	21,04	21,79	18,45

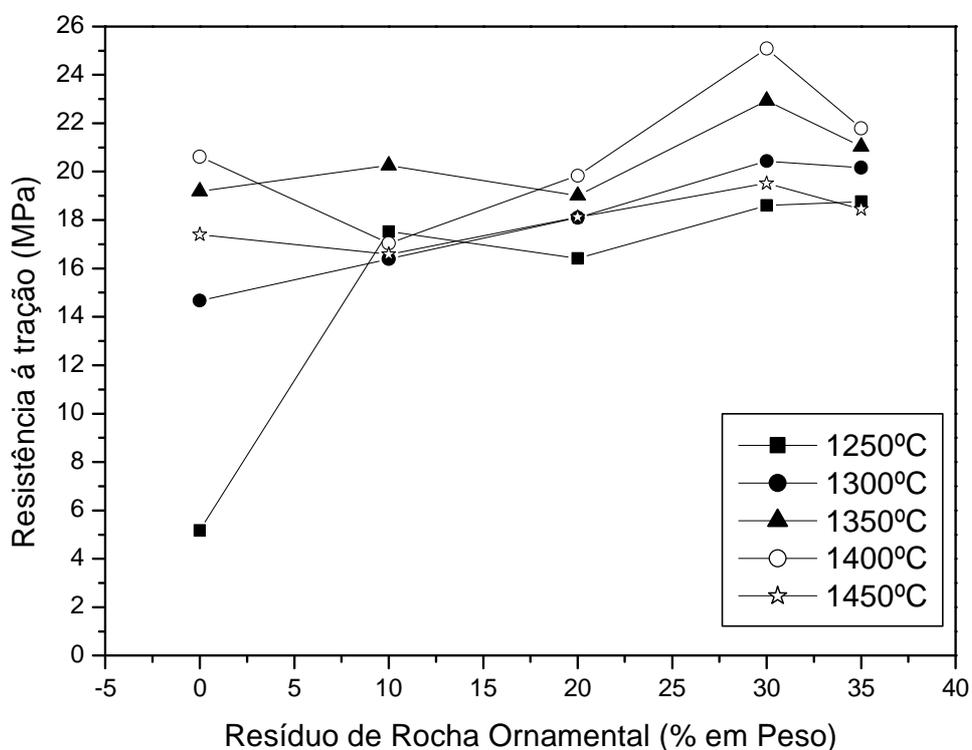


Figura 4.17 – Resistência à Tração em função da adição do resíduo e da temperatura de sinterização.

Na Tabela 4.10 são apresentados os valores de resistividade elétrica de volume (ρ) das peças cerâmicas incorporadas com até 35 % em peso de resíduo de rocha ornamental sinterizadas entre 1250 °C á 1450 °C. Para melhor visualização do efeito da adição do resíduo e da temperatura de sinterização, das peças cerâmicas foi construído o gráfico da resistividade elétrica de volume, conforme mostrado na Figura 4.18.

Os resultados mostram que os valores obtidos para resistividade elétrica das peças de porcelana aluminosa preparadas neste trabalho são relativamente altos, na faixa entre 10^{10} - 10^{11} Ω .cm. Verifica-se, no entanto, que a resistividade elétrica apresentou uma variação complexa com a adição do resíduo de rocha ornamental e temperatura de sinterização. Embora a resistividade elétrica das peças aumente com a adição do resíduo de rocha ornamental em até 35% em peso, e com o aumento da temperatura de sinterização variando de 1250°C á 1450°C, distintos comportamentos nos valores de resistividade elétrica podem ser observados.

Tabela 4.10 – Resistividade elétrica das peças cerâmicas.

Amostras	Resistividade elétrica (Ω .cm x 10^{10})				
	1250°C	1300°C	1350°C	1400°C	1450°C
MR	0,56	0,19	2,23	6,66	5,49
M10	1,73	4,23	15,95	14,46	8,62
M20	0,37	3,18	23,27	7,27	36,48
M30	4,03	9,10	4,90	21,06	19,86
M35	4,01	5,88	16,49	21,07	21,89

Entre 1250 - 1300 °C o valor de resistividade elétrica aumenta até adição de 10 % em peso de resíduo (M10). Para uma nova adição até 20 % em peso (M20) ocorreu diminuição da resistividade elétrica. Para adições ainda mais altas (M30 e M35), a resistividade elétrica tende a aumentar. Para as temperaturas de 1350 °C e 1450 °C a resistividade elétrica atinge um pico em 20 % em peso de resíduo (M20),

enquanto que em 1400 °C o pico de resistividade ocorre para adições de 30 e 35 % em peso de resíduo (M30 e M35). Uma explicação plausível para a ocorrência dessa variação complexa da resistividade elétrica das peças de porcelana elétrica alumínica estudadas está relacionada a fatores como preparação da amostra, blindagem, ruídos de rede e defeitos na amostra.

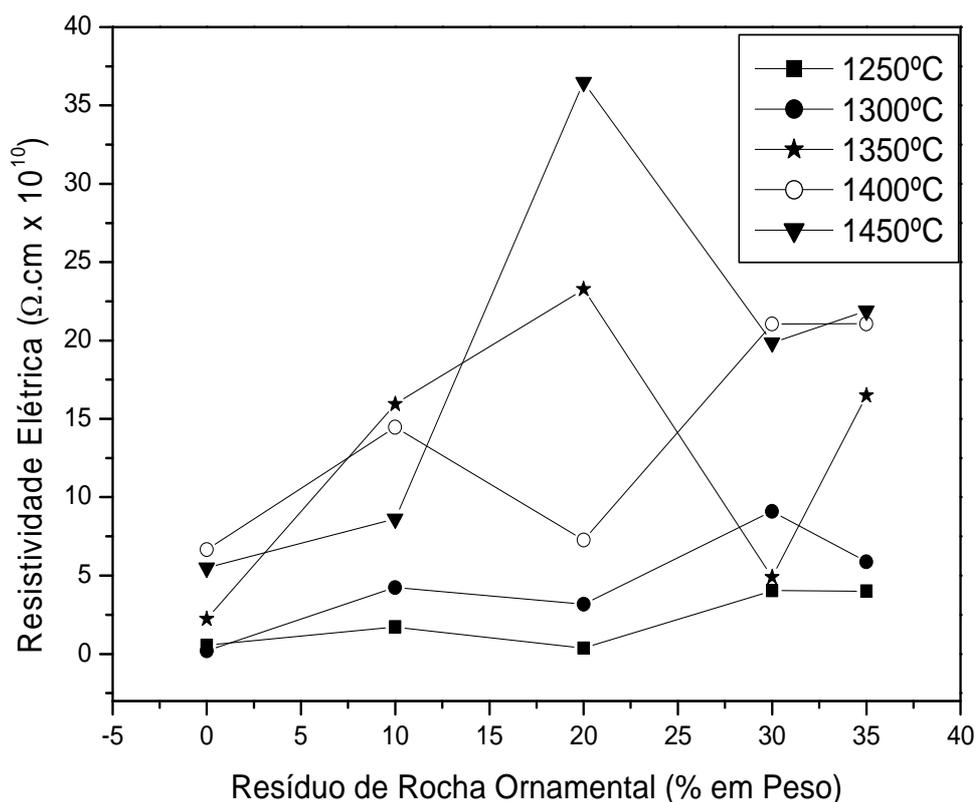


Figura 4.18 – Resistividade elétrica em função da adição de resíduo e da temperatura de sinterização.

4.5 – Análise microestrutural das peças sinterizadas

As propriedades dos materiais cerâmicos são essencialmente dependentes da microestrutura sinterizada. No caso específico das porcelanas aluminosas usadas como isoladores elétricos, objeto do presente trabalho, a análise microestrutural contribuirá para o maior entendimento do comportamento das propriedades estudadas em função da adição do resíduo de rocha ornamental e temperatura de sinterização.

Nas Figuras 4,19 – 4,33 são apresentadas uma série de micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura via imagens de elétrons secundários das superfícies de fratura para as amostras MR (massa cerâmica de referência), M20 (com 20 % em peso de resíduo) e M35 (com 35 % em peso de resíduo), para as temperaturas de sinterização empregadas variando de 1250°C á 1450°C.

As Figuras 4.19 - 4.21 apresentam as microestruturas para as peças de porcelana elétrica sinterizadas em 1250 °C. Verifica-se que a massa cerâmica de referência MR (Fig. 4.19) isenta de resíduo apresentou uma superfície de fratura altamente rugosa com alta concentração de porosidade interconectada (porosidade aberta). Este tipo de microestrutura justifica as pobres propriedades obtidas, em particular a alta absorção de água, baixa massa específica aparente e baixa resistência mecânica das peças cerâmicas. Por outro lado, quando o feldspato sódico é gradualmente substituído pelo resíduo de rocha ornamental a microestrutura sinterizada é modificada (Figs. 4.20 e 4.21). O efeito da adição do resíduo é claramente visível em que uma microestrutura altamente densificada com baixa concentração de poros abertos pode ser observada. A vitrificação da estrutura do material é visível. Isto justifica o melhoramento, sobretudo das propriedades físico-mecânicas das peças de porcelana aluminosa.

As Figuras 4.22 - 4.24 apresentam as microestruturas para as peças de porcelana elétrica sinterizadas em 1300 °C. Neste caso fica visível também o efeito da temperatura de sinterização. Nesta temperatura a própria massa de referência isenta de resíduo também já apresenta uma microestrutura altamente densificada. Isto se deve, sobretudo a menor viscosidade da fase vítrea. Quanto maior a temperatura de sinterização, e menor a viscosidade da fase vítrea formada, maior densificação da peça cerâmica deve ser esperada. Portanto, propriedades com melhores resultados são obtidas nesta temperatura. De modo similar ao verificado

anteriormente, adição de mais resíduo também intensifica a vitrificação das peças cerâmicas, resultando em peças mais densas e resistentes. Comportamentos similares foram também obtidos para as demais temperaturas de sinterização empregadas (Figs. 4.25 -4.33). Nota-se ainda a presença de porosidade fechada na microestrutura sinterizada das peças, principalmente para as peças cerâmicas com maiores conteúdos de resíduo adicionado e maior temperatura de sinterização. Os poros fechados são tipicamente poros isolados de morfologia esférica ou arredondada na matriz cerâmica vitrificada.

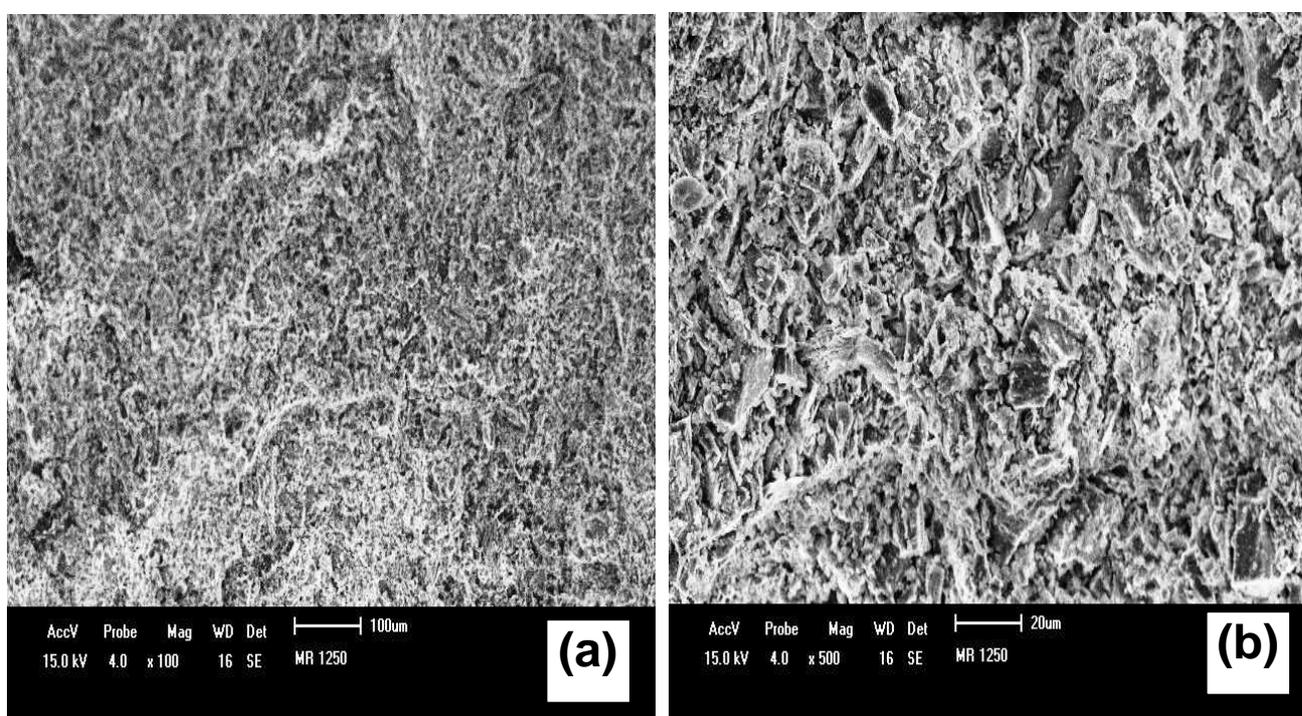


Figura 4.19 – Micrografias da superfície da fraturada da composição MR, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.

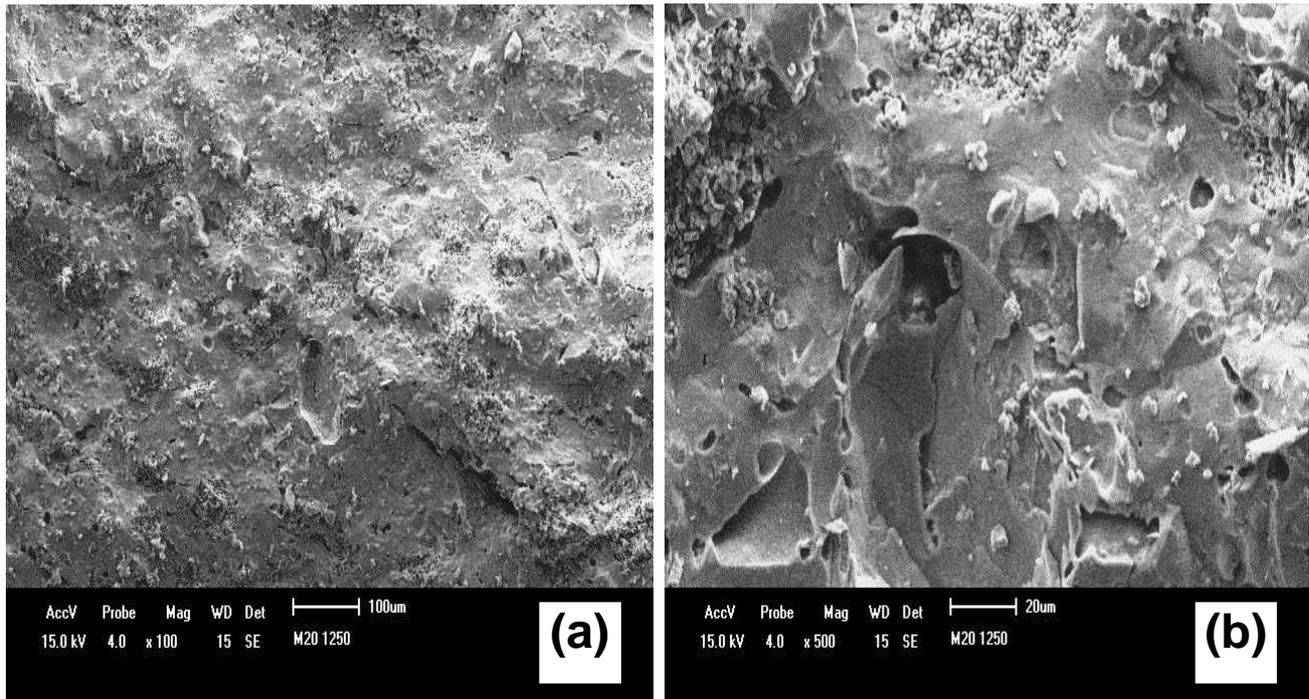


Figura 4.20 – Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.

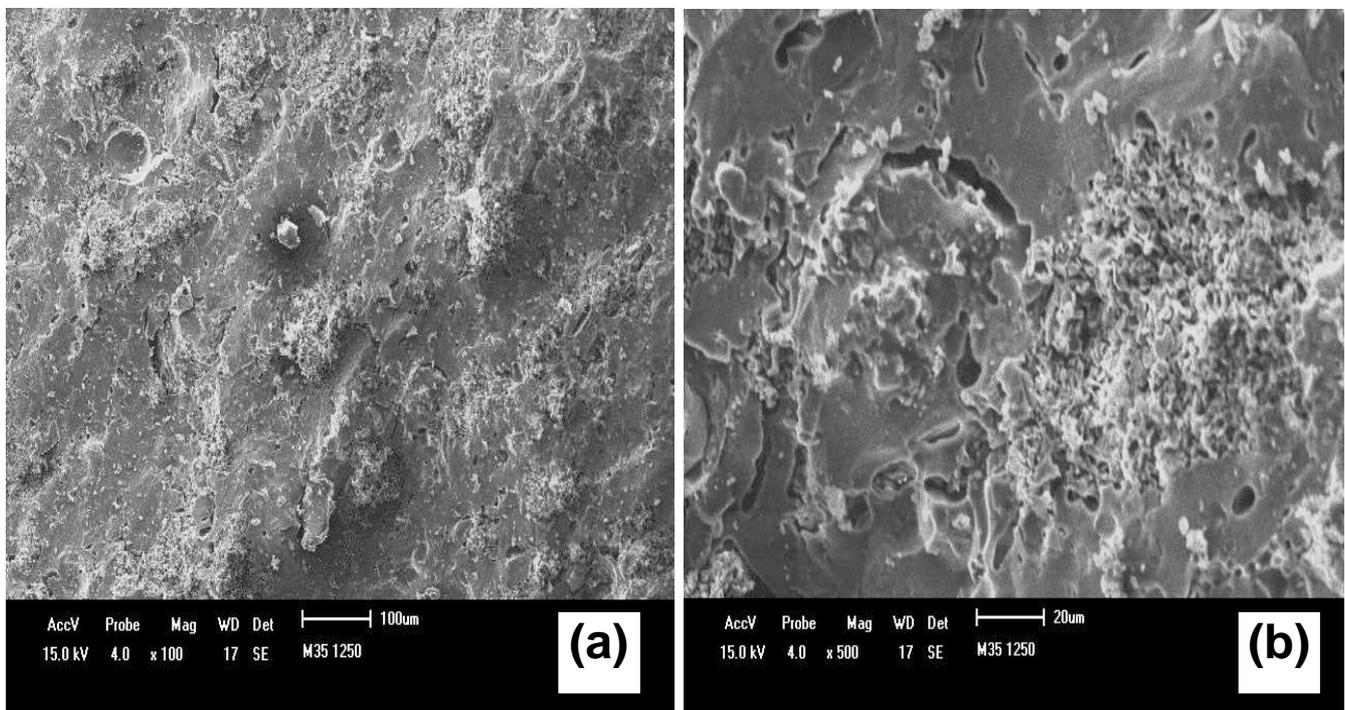


Figura 4.21 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1250°C (a) 100 X (b) 500 X.

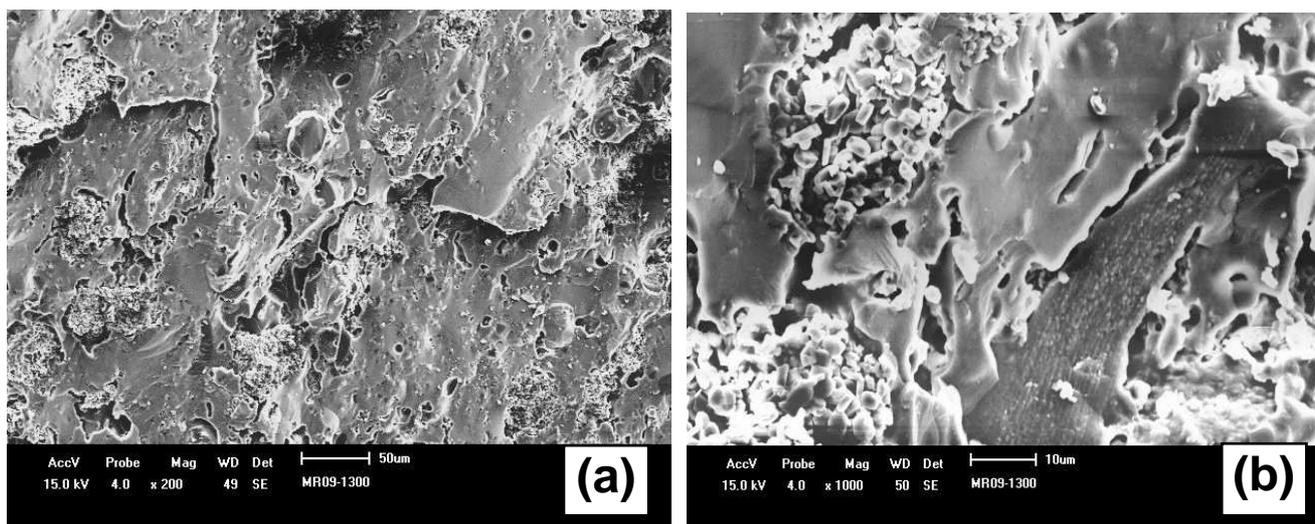


Figura 4.22 – Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.

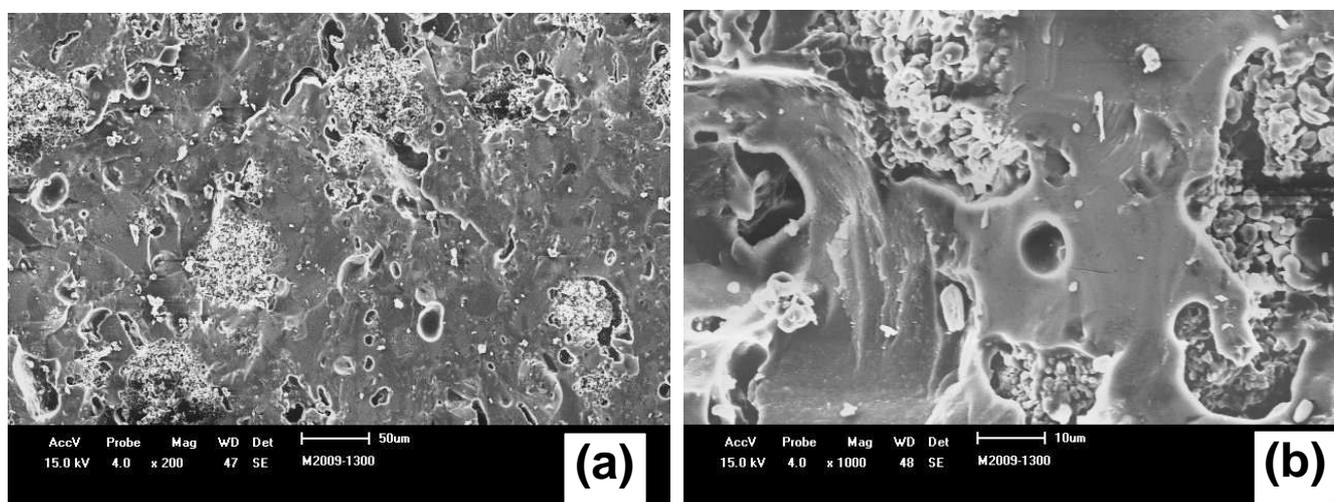


Figura 4.23 – Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.

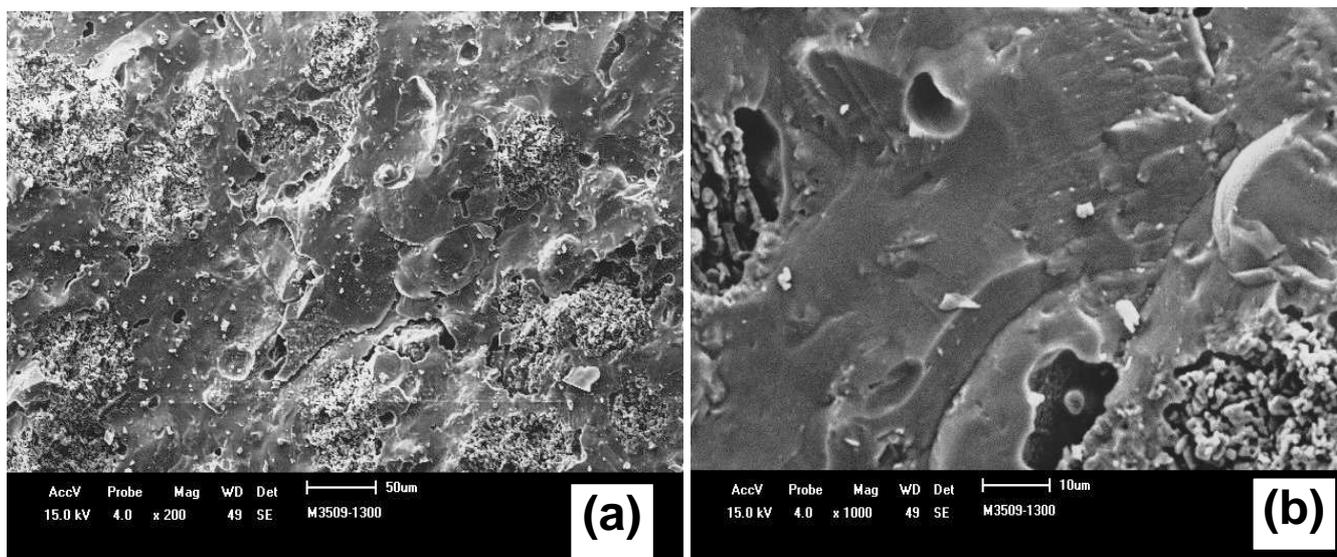


Figura 4.24 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1300°C (a) 200 X (b) 1000 X.

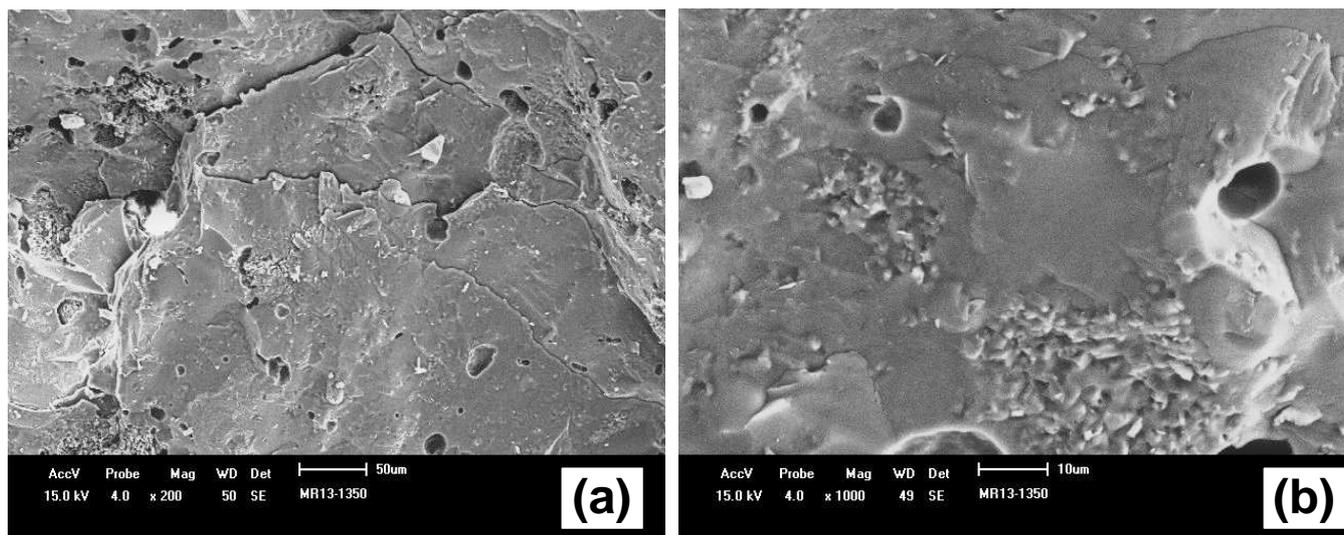


Figura 4.25 – Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.

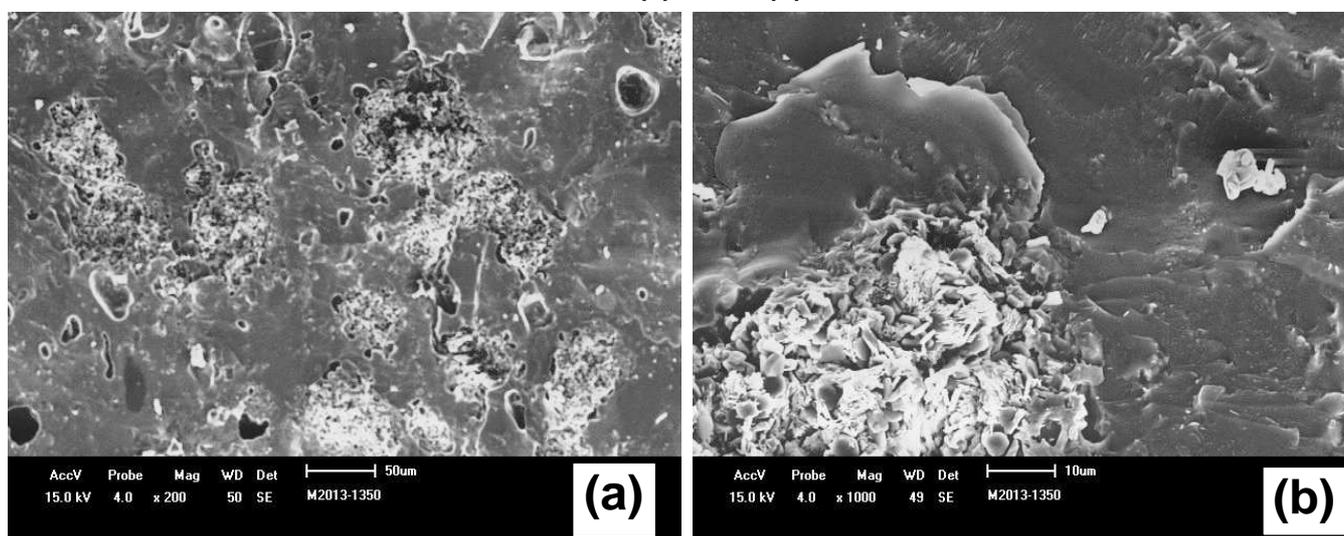


Figura 4.26 – Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.

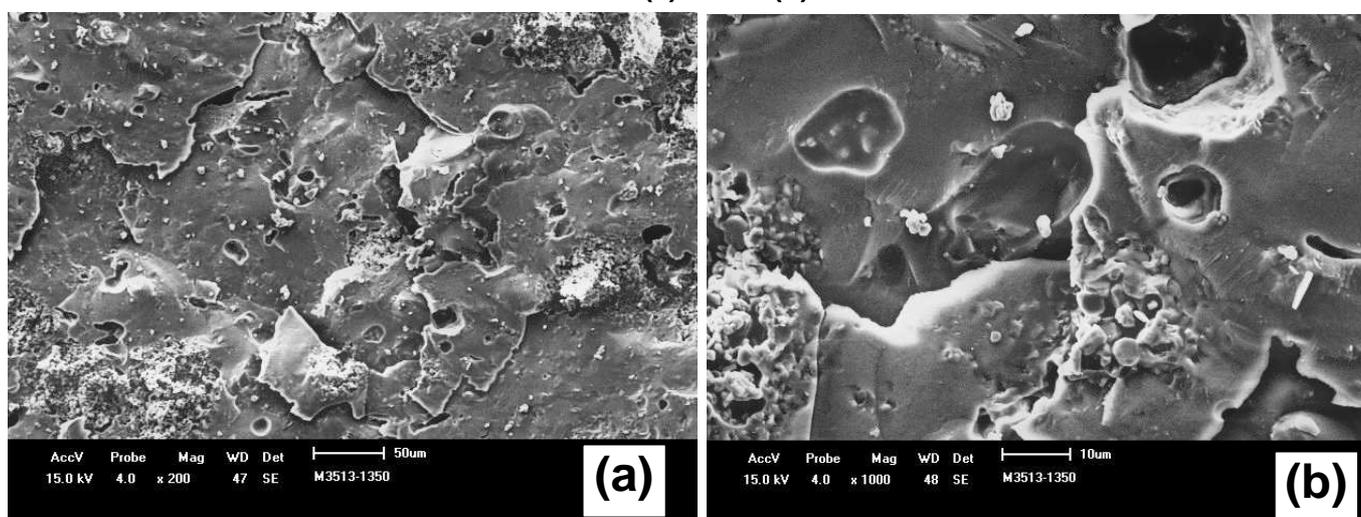


Figura 4.27 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1350°C (a) 200 X (b) 1000 X.

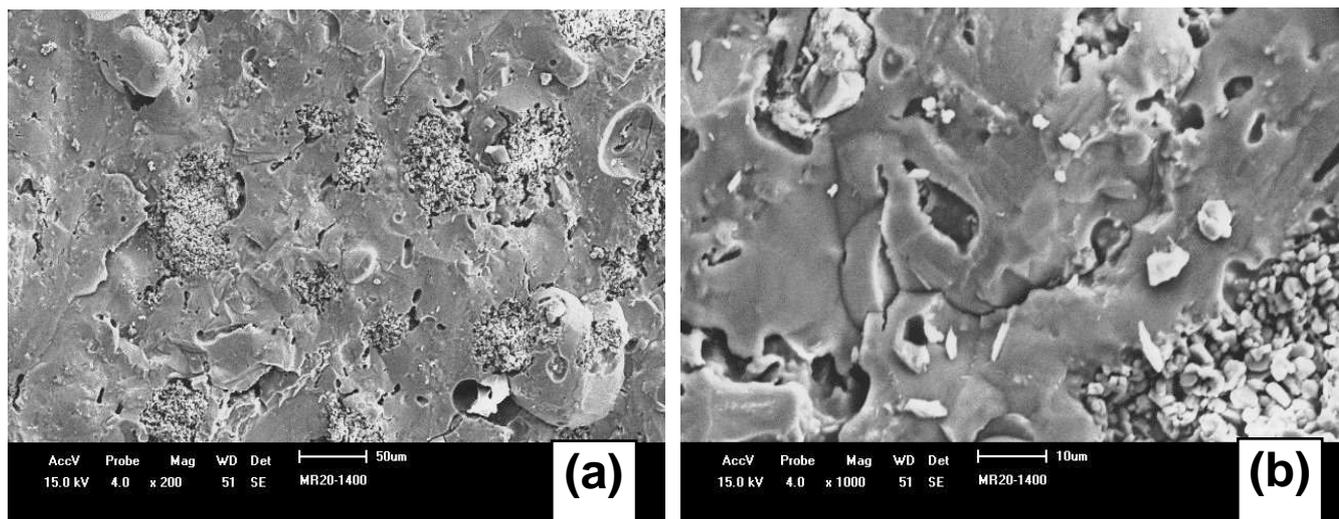


Figura 4.28 – Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.

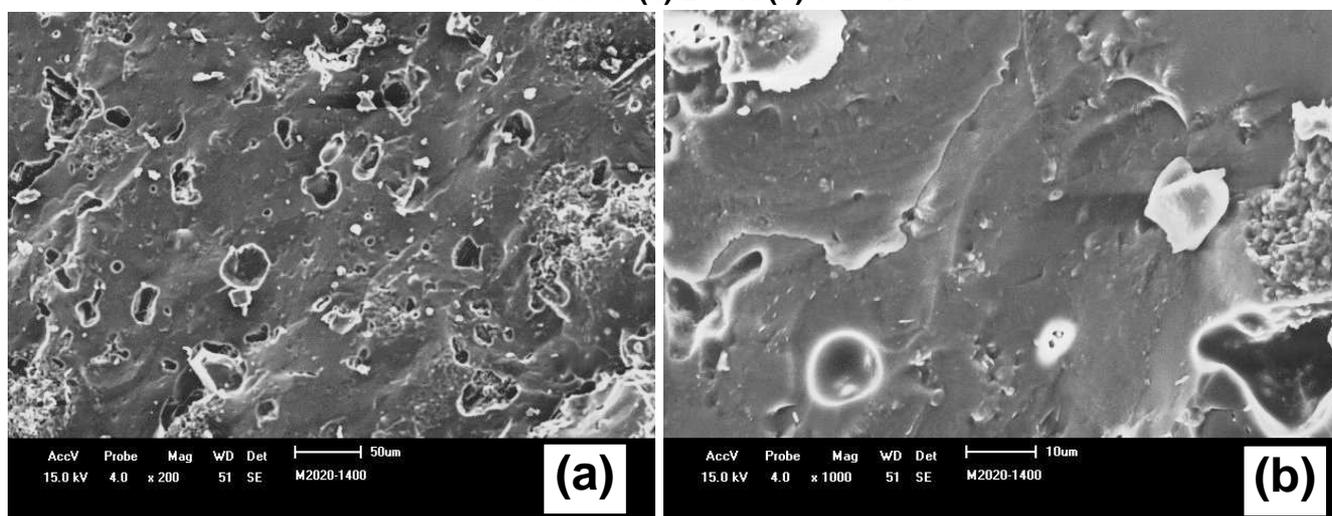


Figura 4.29 – Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.

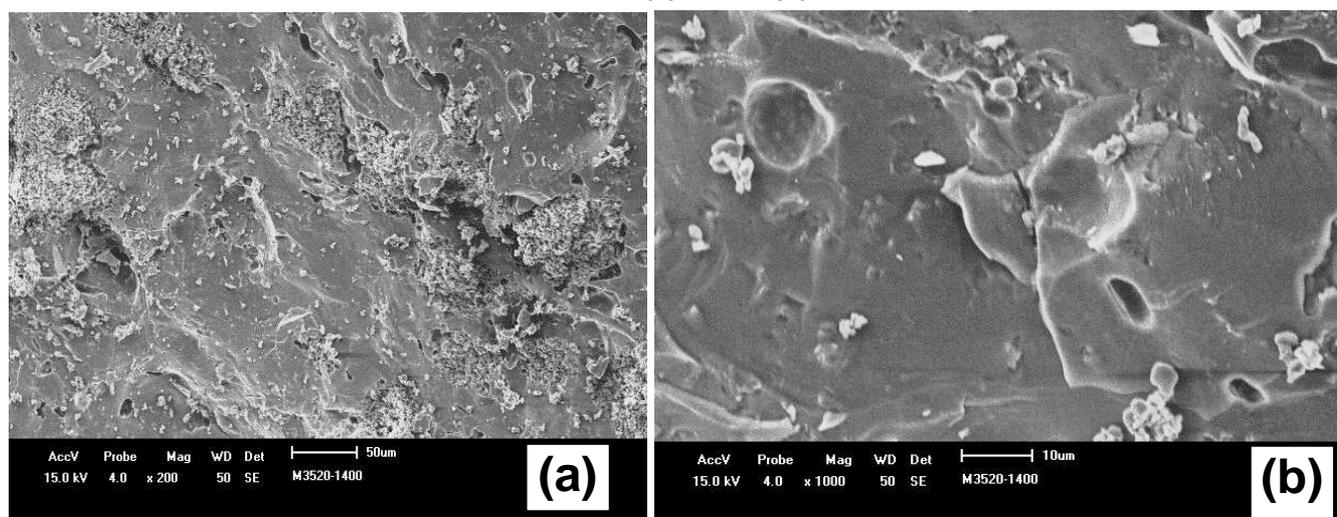


Figura 4.30 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1400°C (a) 200 X (b) 1000 X.

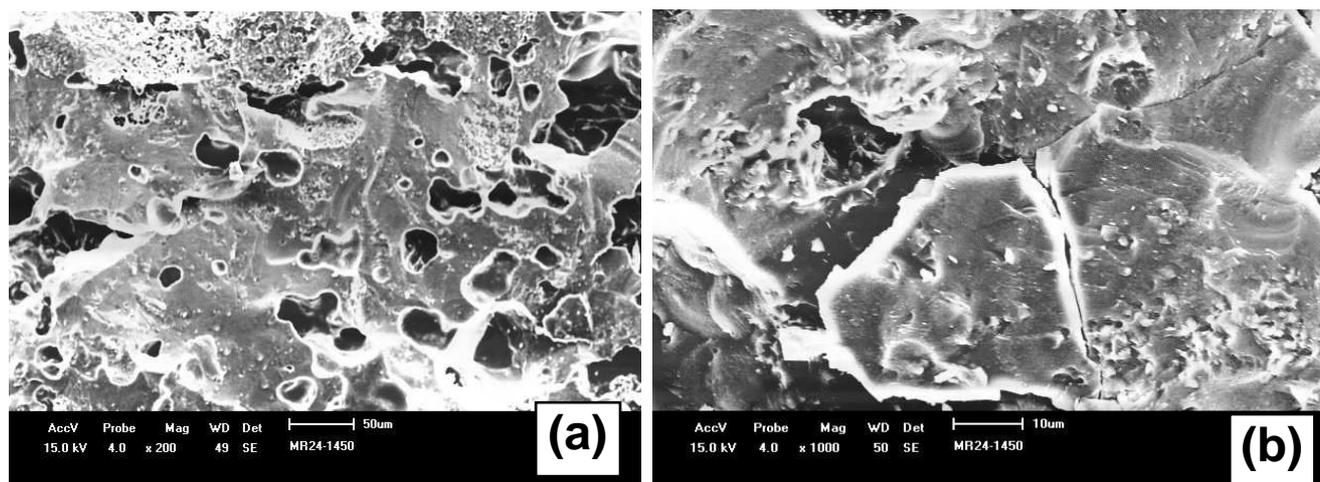


Figura 4.31 – Micrografias da superfície da fraturada composição MR, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.

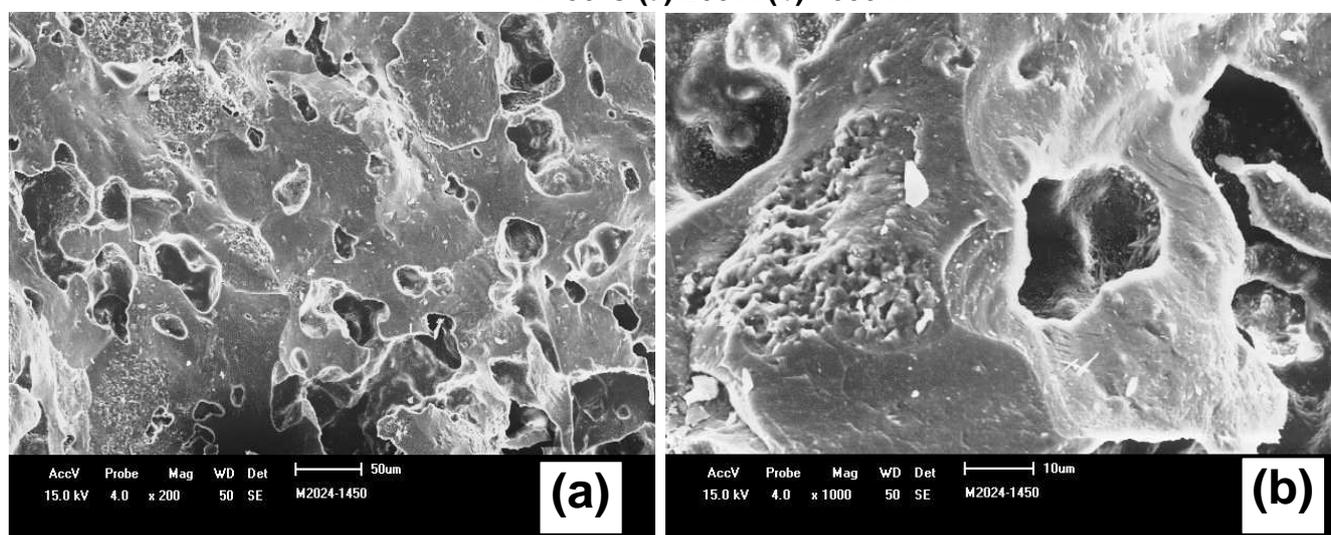


Figura 4.32 – Micrografias da superfície da fraturada composição M20, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.

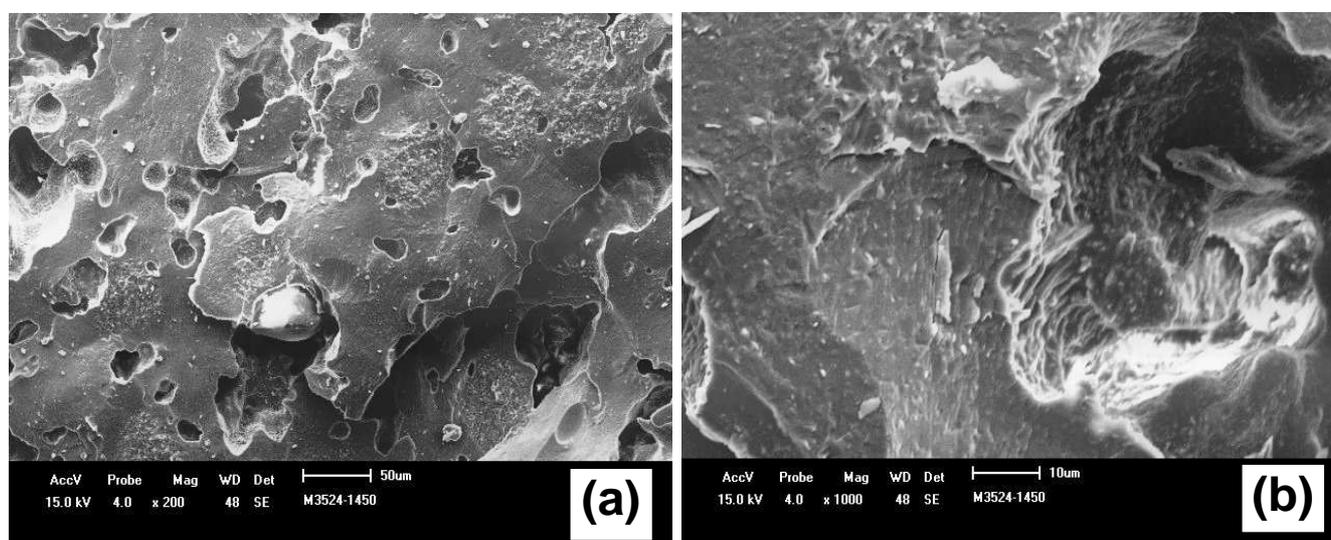
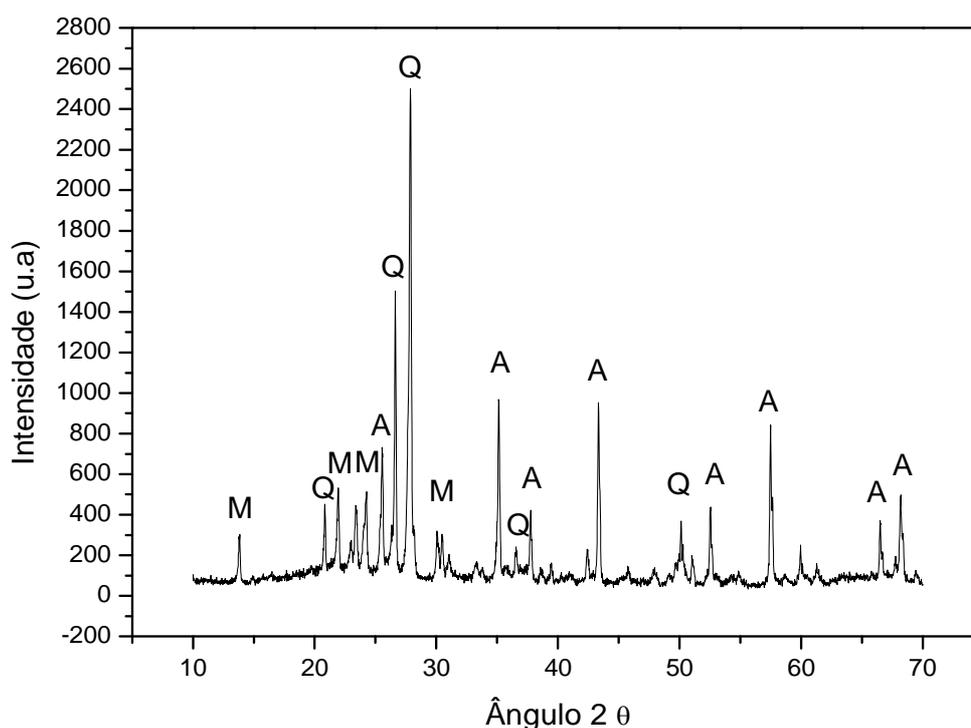


Figura 4.33 – Micrografias da superfície da fraturada composição M35, sinterizada a 1450°C (a) 200 X (b) 1000 X.

4.6 – Análise de fases das peças cerâmicas sinterizadas

Nas Figuras 4.34 – 4.47 são apresentadas os difratogramas de raios-X para as amostras MR (massa cerâmica de referência), M20 (com 20 % em peso de resíduo) e M35 (com 35 % em peso de resíduo), para as temperaturas de sinterização empregadas.

As análises mineralógicas qualitativa das peças sinterizadas indicaram que as fases cristalinas presentes são basicamente α -alumina, mullita, quartzo, além de cristobalita dependendo da temperatura de sinterização. A rigor têm-se as mesmas fases cristalinas em todas as amostras. No entanto, as intensidades dos picos de difração se diferenciam tanto em relação à adição do resíduo, quanto em relação ao aumento da temperatura de sinterização.



**Figura 4.34 - Difratograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1250°C:
Q – Quartzo; A - α -Alumina; M – Mullita**

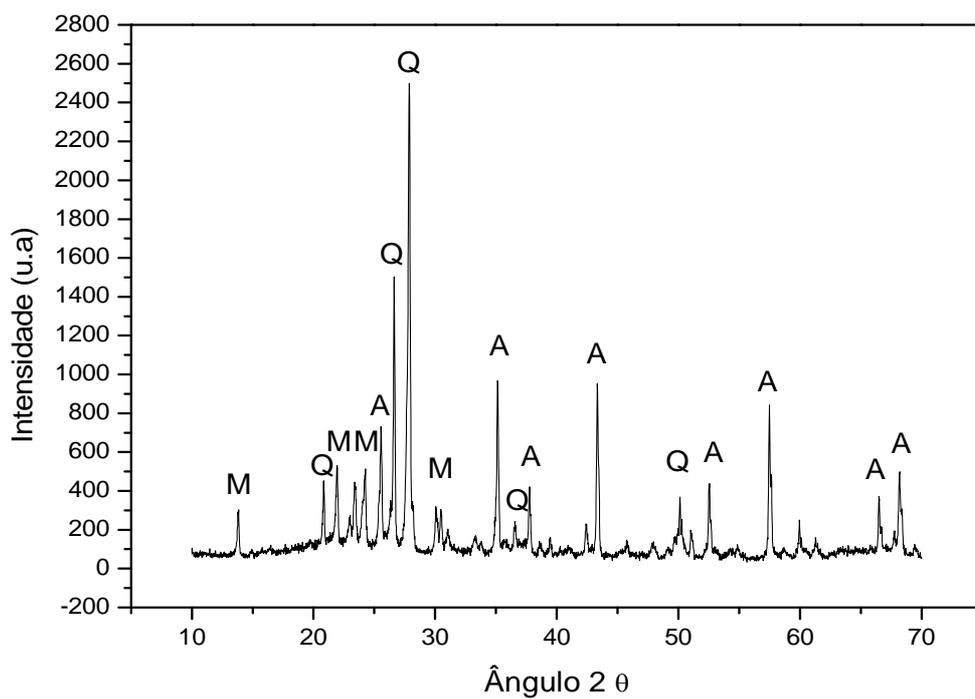


Figura 4.35 - Difratoograma de raios-X da amostra M20 sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita.

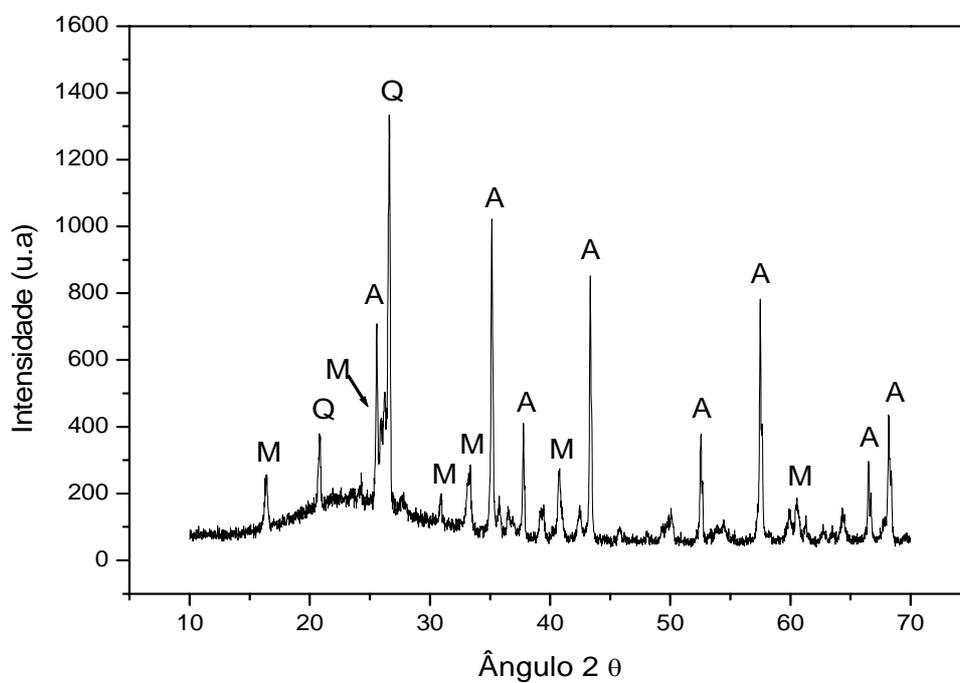


Figura 4.36 - Difratoograma de raios-X da amostra M35 sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita.

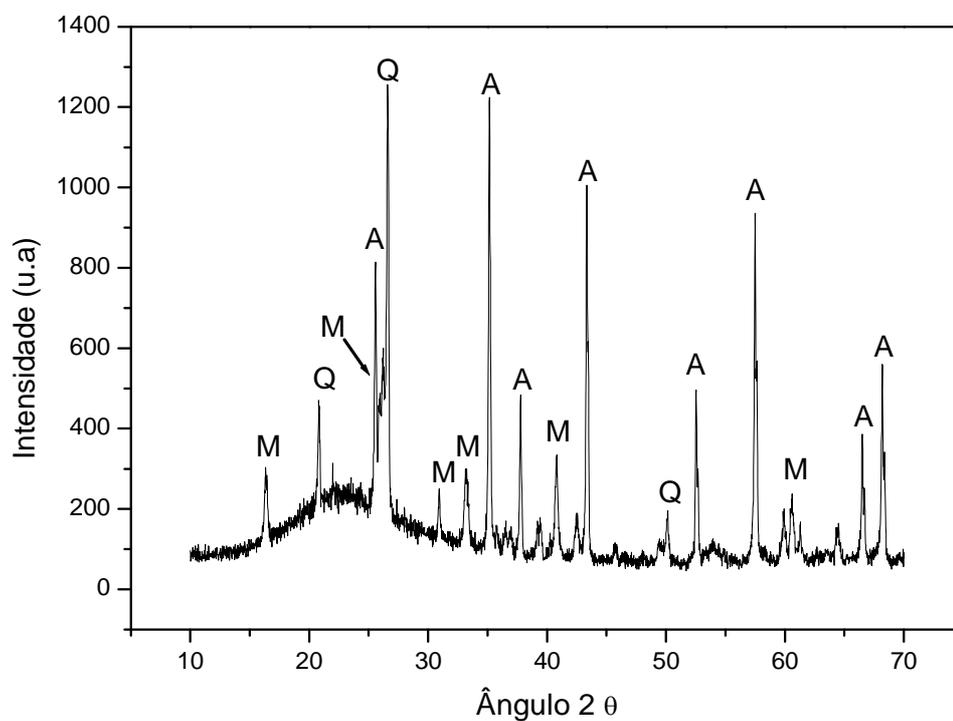


Figura 4.37 - Difratoograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1300 °C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita.

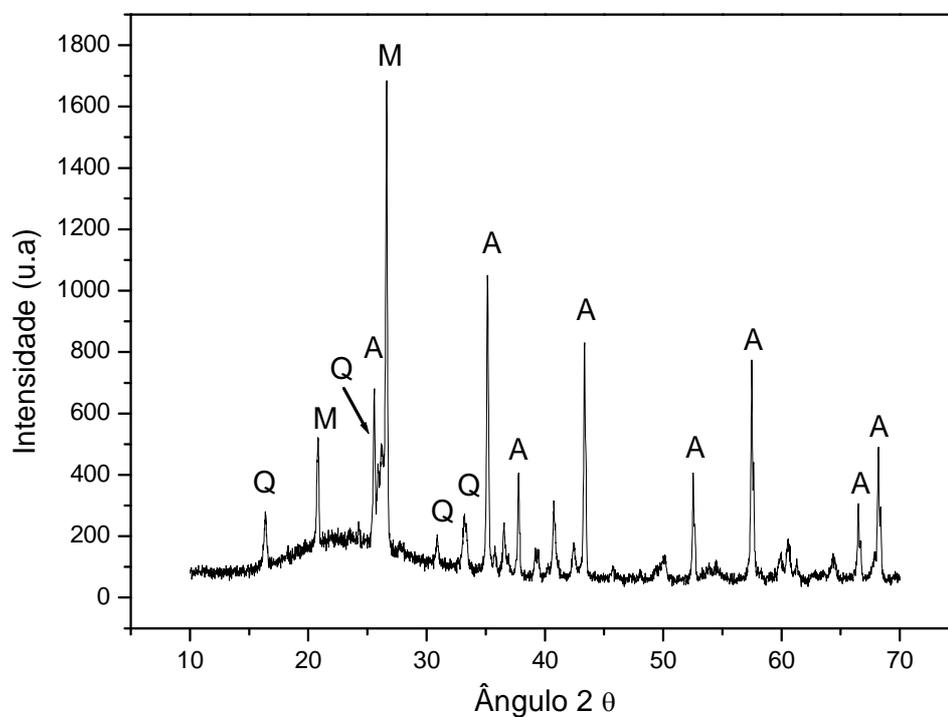


Figura 4.38 - Difratoograma de raios-X da amostra M20 sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita.

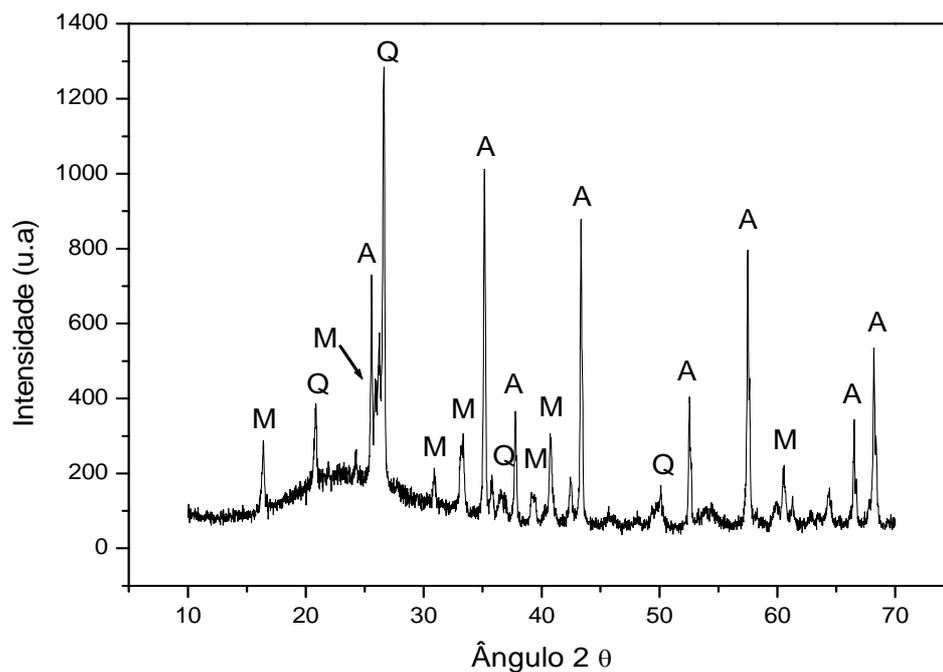


Figura 4.39- Difratoograma de raios-X da amostra M35 sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M - Mullita.

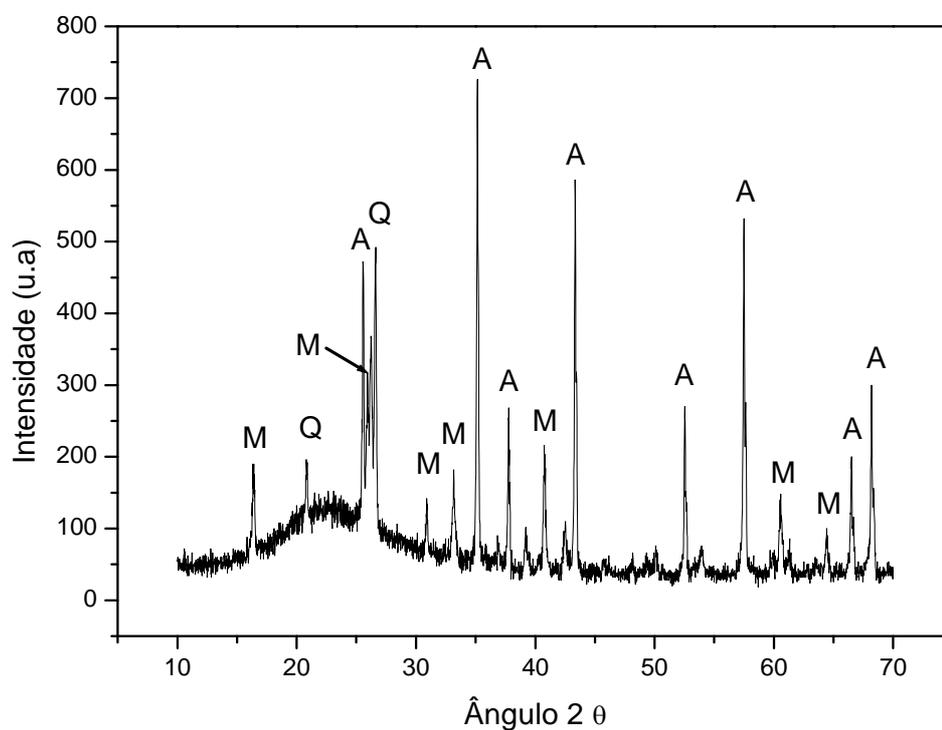


Figura 4.40 - Difratoograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1350°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.

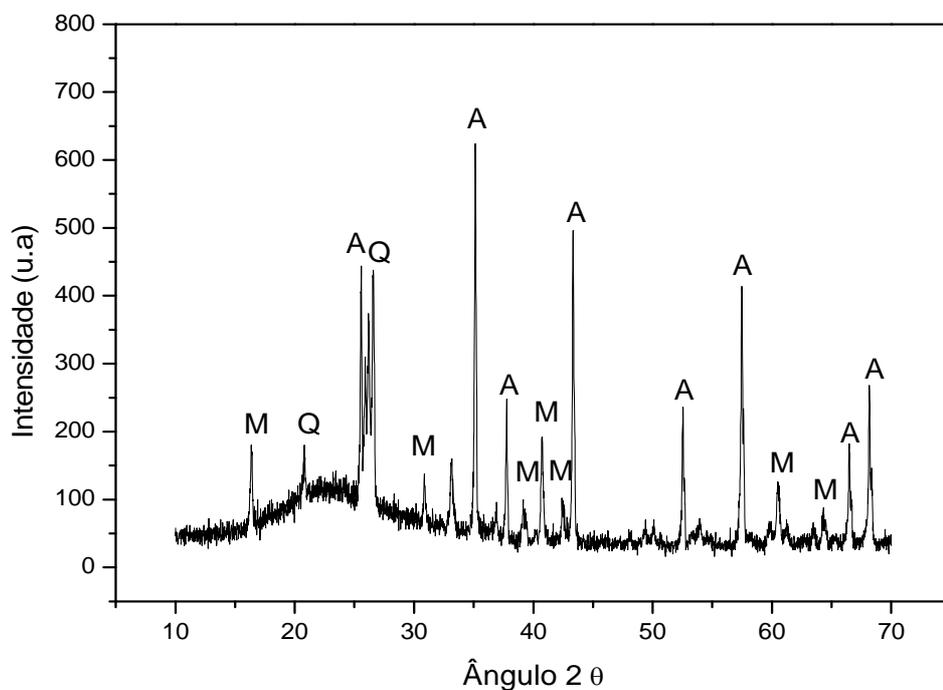


Figura 4.41 - Difratoograma de raios-X da amostra M20 sinterizada a 1350°C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita

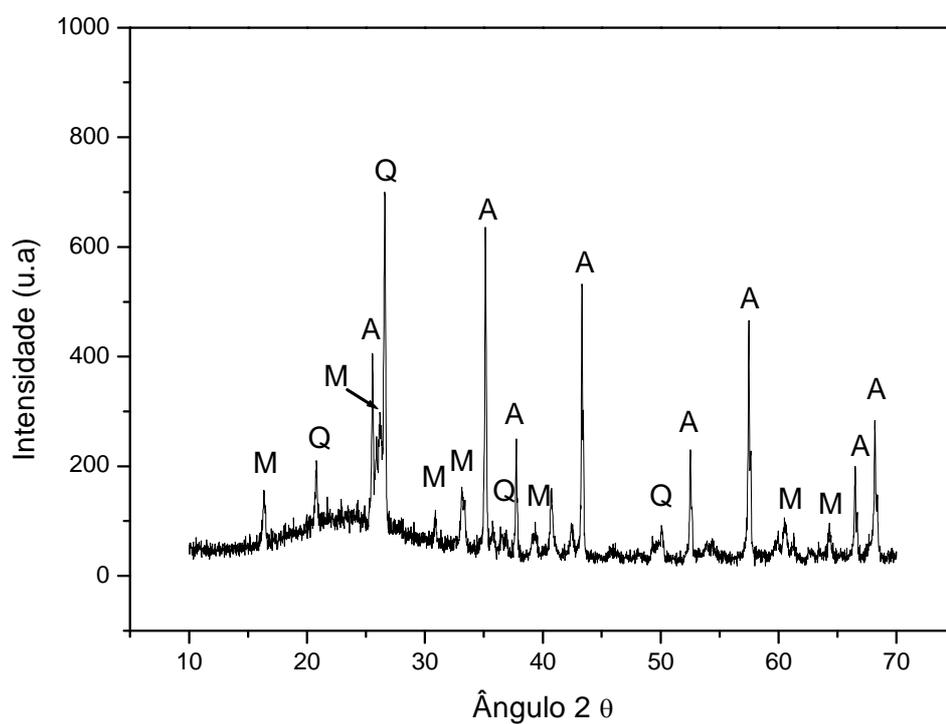
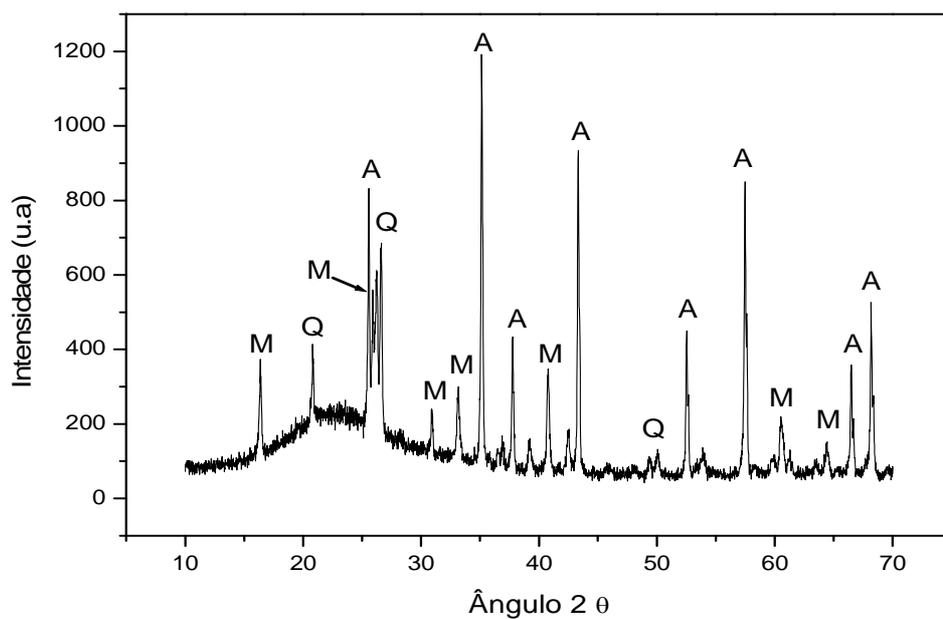
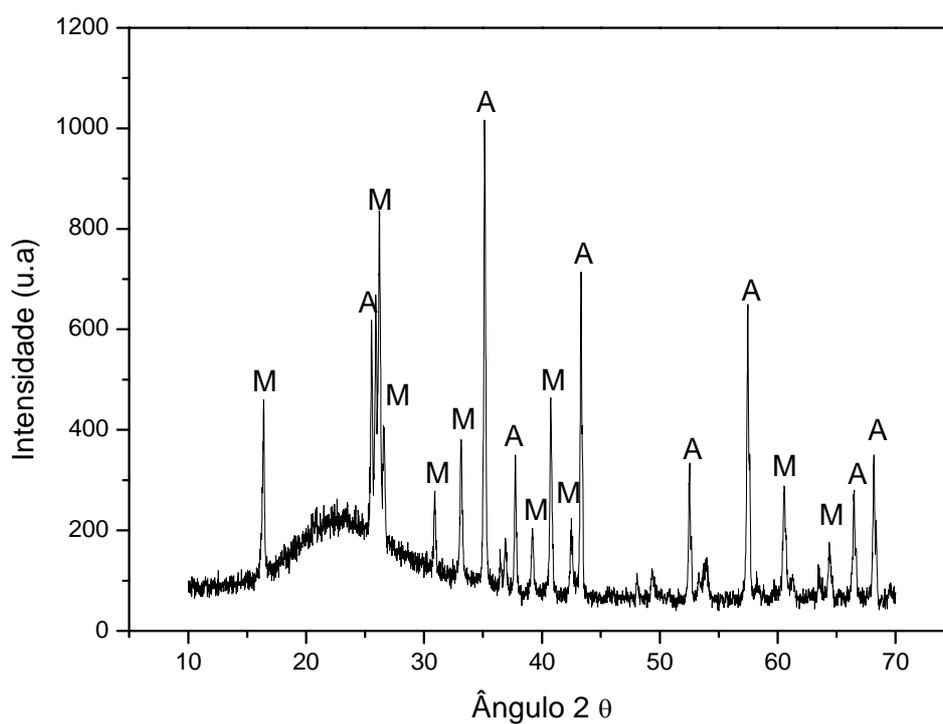


Figura 4.42- Difratoograma de raios-X da amostra M35 sinterizada a 1350°C: Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita.



**Figura 4.43 - Difratoograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1400°C:
Q – Quartzo; A - α -Alumina; M - Mullita**



**Figura 4.44 - Difratoograma de raios-X da amostra M20 sinterizada a 1400°C: A -
 α -Alumina; M - Mullita**

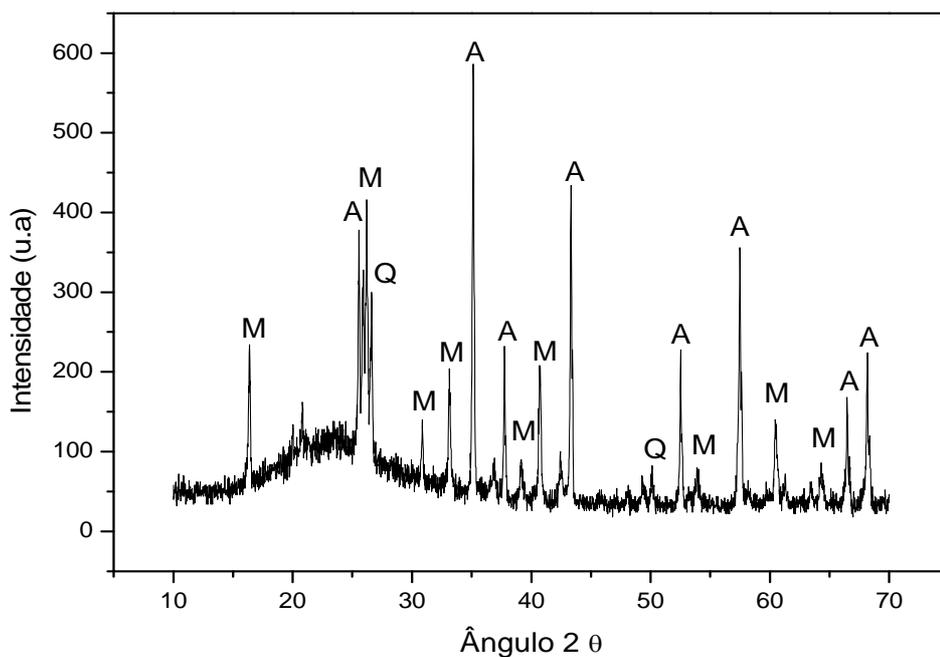


Figura 4.45 - Difratoograma de raios-X da amostra M35 sinterizada a 1400°C: Q – Quartz; A - α -Alumina; M - Mullita

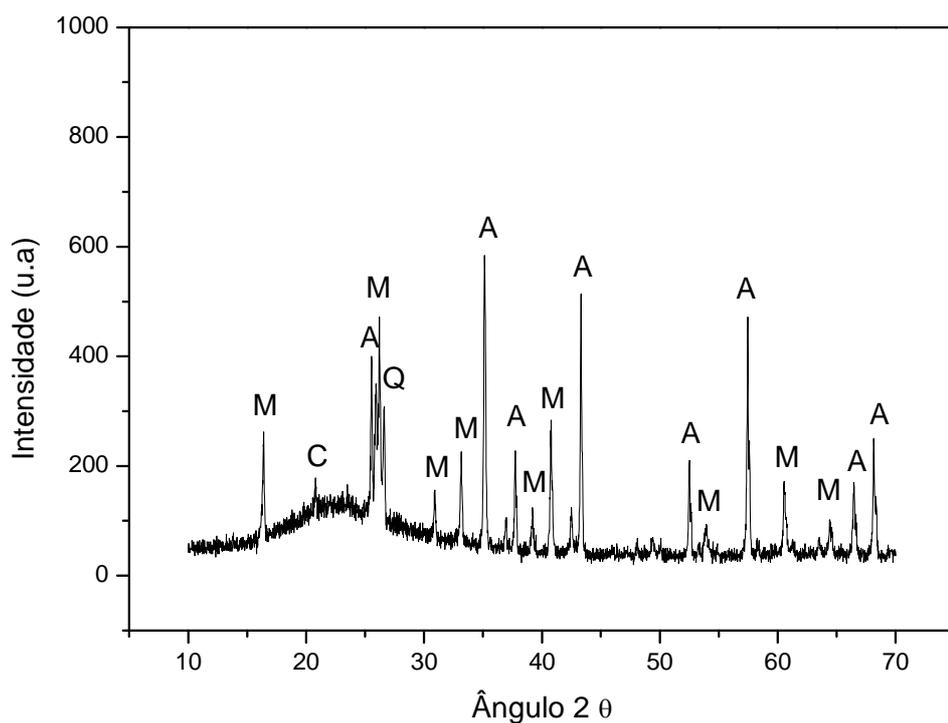


Figura 4.46 - Difratoograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1450°C: Q – Quartz; A - α -Alumina; M – Mullita, C – Cristobalita.

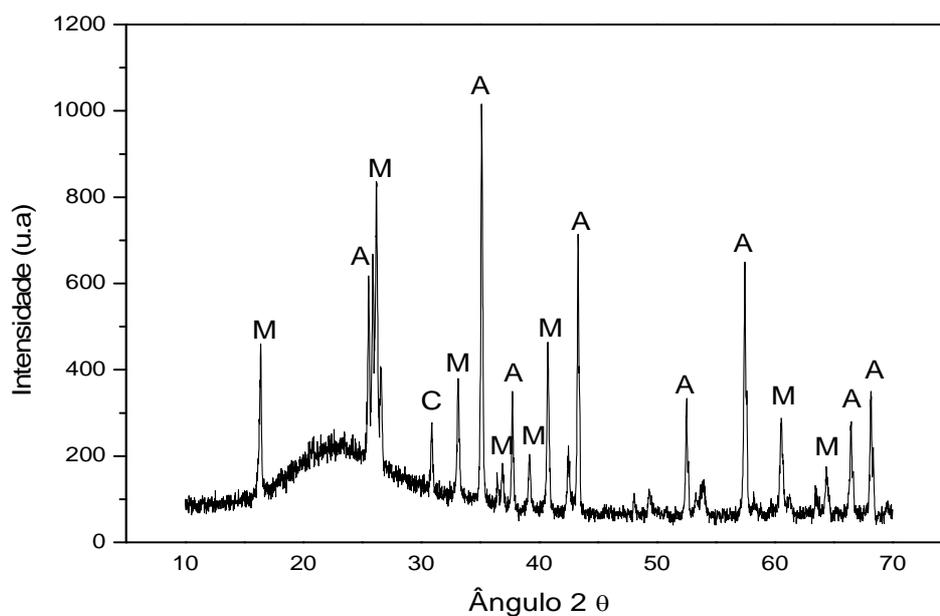


Figura 4.47 - Difratoograma de raios-X da amostra M20 sinterizada a 1450°C: C - Cristobalita; A - α -Alumina; M - Mullita.

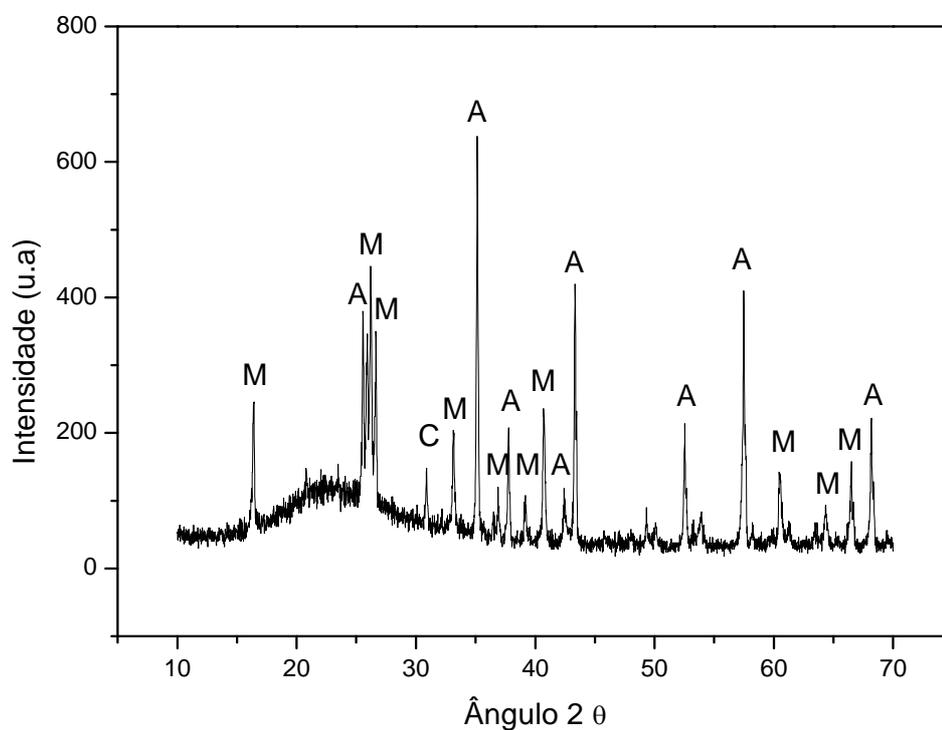


Figura 4.48 - Difratoograma de raios-X da amostra M35 sinterizada a 1450°C: A - α -Alumina; M - Mullita; C - Cristobalita.

4.7 – Análise das tonalidades dos corpos cerâmicos

Uma característica importante é a cor dos corpos cerâmicos após a sinterização. Isto é importante, pois normalmente no processo de fabricação os corpos cerâmicos são submetidos ao processo de esmaltação.

Foi usado neste trabalho um resíduo de rocha ornamental proveniente do corte de rocha ornamentais da região Noroeste Fluminense. O resíduo foi coletado na empresa na forma de lama (in natura), após processo de secagem, o resíduo foi transformado num pó de cor cinza.

As Figuras 4.48 - 4.52 apresentam os padrões de tonalidade das cores das peças de porcelana aluminosa incorporada com resíduo de rocha ornamental, para todas as temperaturas de sinterização.

De acordo com as Figuras 4.49 – 4.52 a substituição do feldspato sódico (albita) com resíduo de rocha ornamental tende a alterar a tonalidade das peças de porcelana aluminosa. Em geral tem-se o escurecimento da tonalidade com o incremento do resíduo de rocha ornamental.

As peças isentas de resíduo (amostra MR) apresentam tonalidades mais claras. O feldspato sódico é um pó de cor branca com baixo teor de óxidos colorantes (Fe_2O_3 e TiO_2). Por outro lado, as peças contendo resíduo tende a um maior escurecimento da tonalidade à medida que se adiciona resíduo. Este comportamento se deve principalmente a presença de óxido de ferro no resíduo de rocha ornamental.

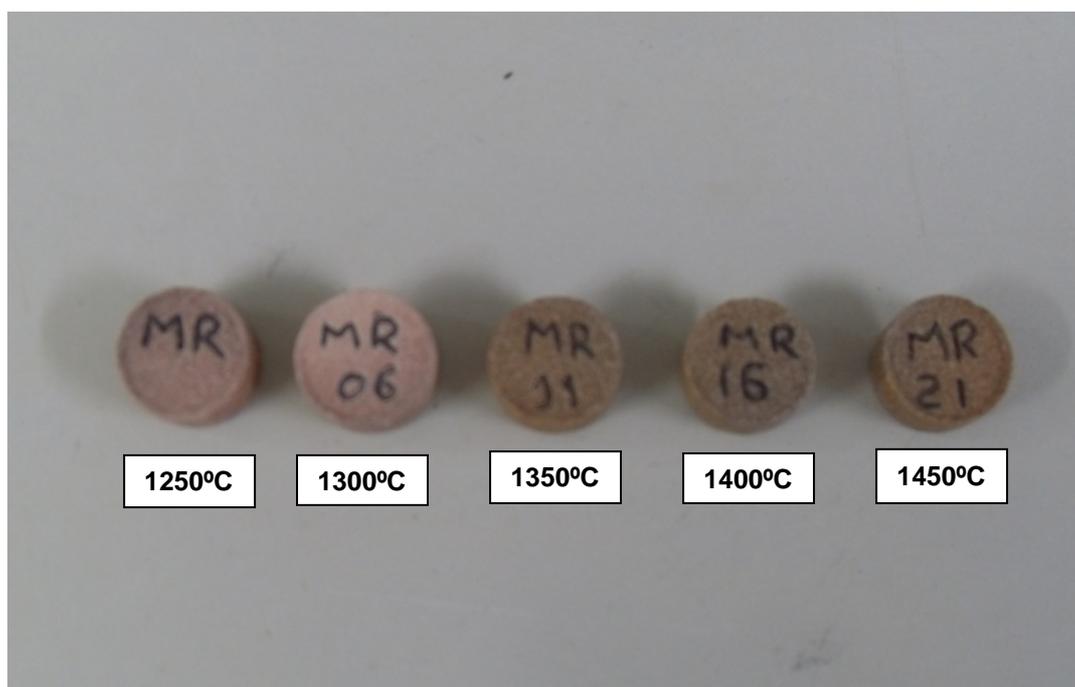


Figura 4.49- Tonalidades das amostras MR, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.

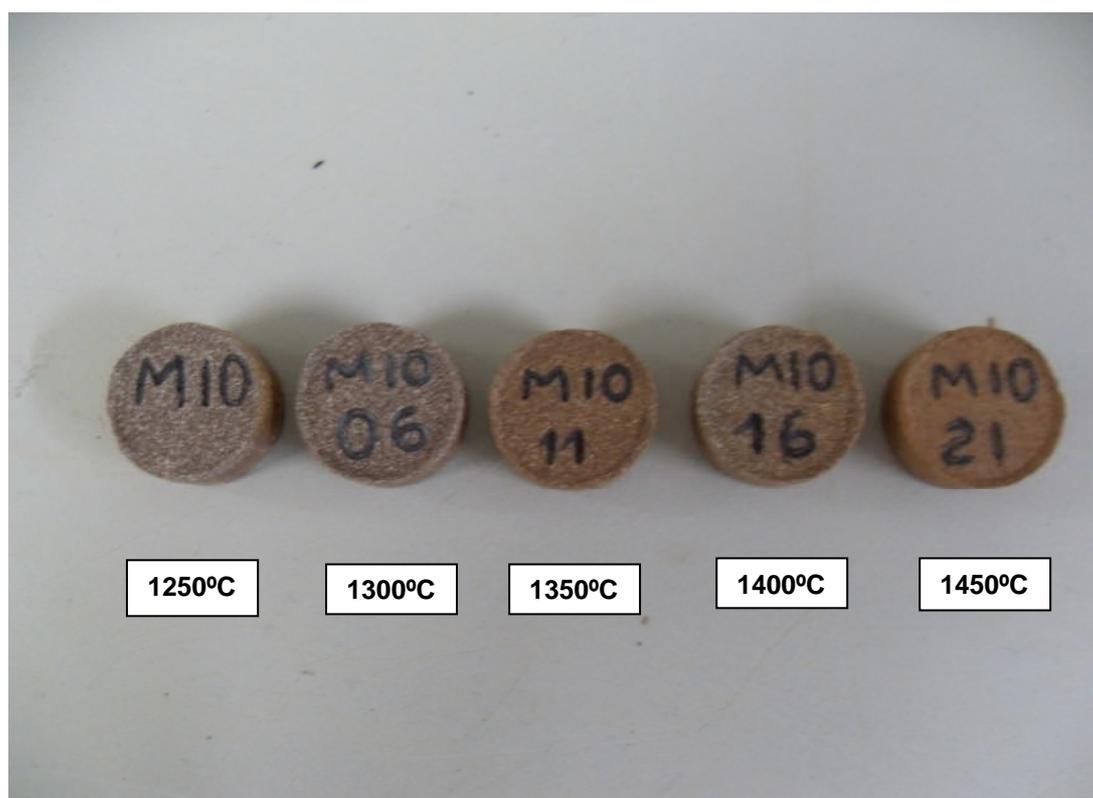


Figura 4.50 - Tonalidades das amostras M10, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.

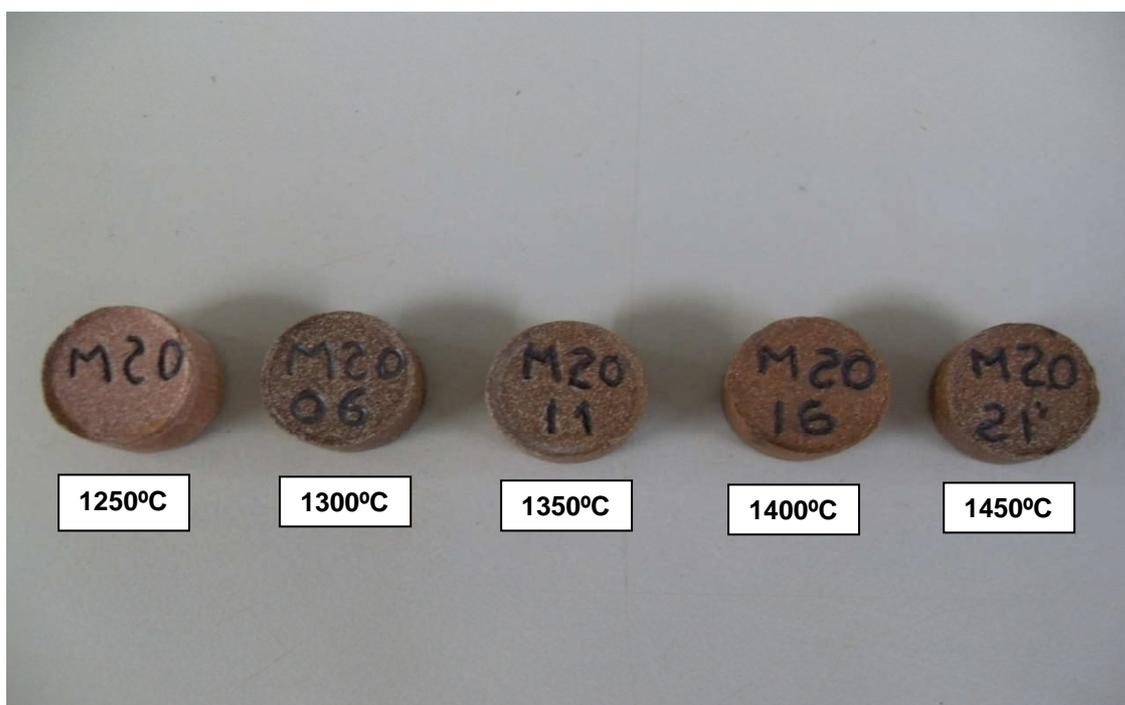


Figura 4.51 - Tonalidades das amostras M20, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.



Figura 4.52 - Tonalidades das amostras M30, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.

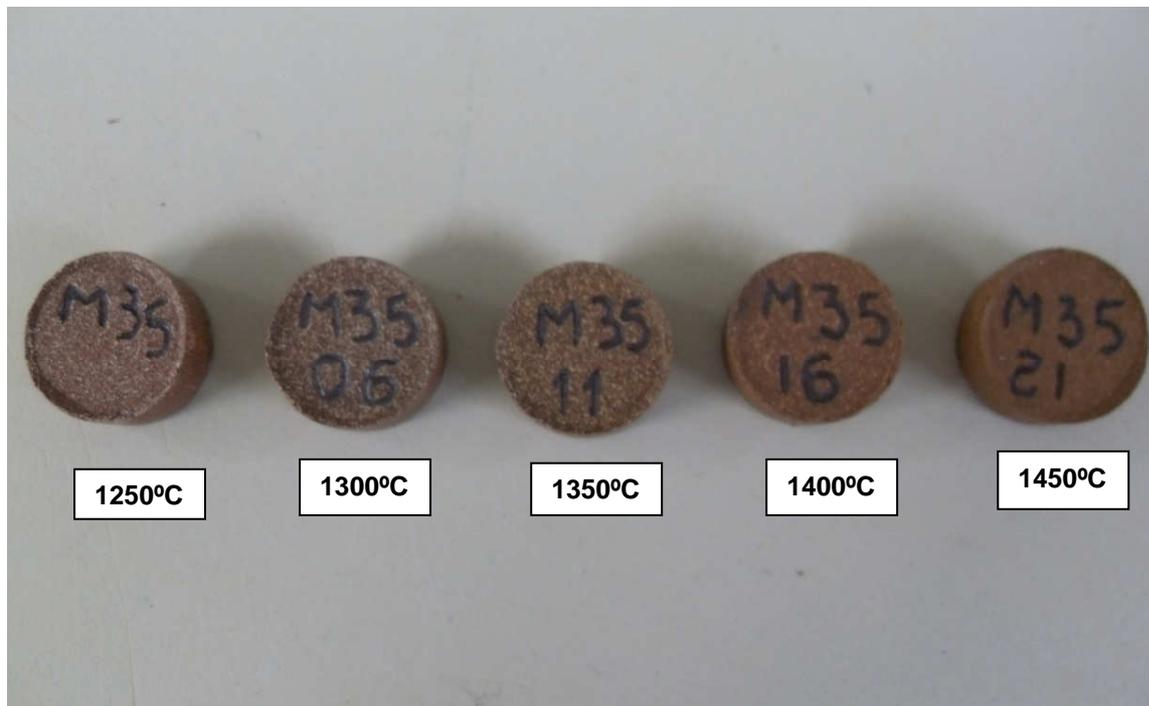


Figura 4.53 - Tonalidades das amostras M35, sinterizadas entre 1250°C á 1450°C.

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nos diversos experimentos realizados neste trabalho podem destacar as seguintes conclusões:

- A temperatura de sinterização apropriada para produção de porcelana elétrica aluminosa incorporada com resíduo de rocha ornamental estudada no presente trabalho foi de 1350°C usando uma taxa de aquecimento de 300°C/h até 1000°C e 200°C/h até atingir a temperatura de patamar, o tempo de sinterização na temperatura de patamar é de 1h. Nesta temperatura se obteve melhores resultados para alguns parâmetros técnicos.
- Os resultados de retração linear das peças cerâmicas (RLs), mostram que a adição de resíduo provoca significativa redução na retração linear das peças cerâmicas. Isto indica claramente que o resíduo de rocha ornamental utilizado tende a influenciar significativamente o grau de sinterização das peças cerâmicas. Verifica-se também em altas temperaturas, (1400 e 1450 °C) a retração linear tende a diminuir. Isto se deve ao fenômeno de inchamento das peças cerâmicas.
- No ensaio de Absorção de água (AA), em geral tem-se uma diminuição da absorção de água com a adição do resíduo. E na temperatura de sinterização de 1350°C, as massas MR e M10 apresentam valores de absorção de água praticamente nulos (~ 0, 003 %). O efeito da temperatura de sinterização é o de diminuir a absorção de água devido à maior densificação das peças de porcelana aluminosa.
- No ensaio de massa específica aparente (MEA), os resultados mostram que a adição do resíduo influenciou o comportamento de densificação das peças cerâmicas. Este mesmo comportamento foi observado no ensaio de Porosidade aparente (PA). Verifica-se ainda que em 1350 °C foram obtidos os menores valores de porosidade aparente (PA = 1,08 – 2,38 %).
- Os resultados de resistência à tração pelo método de compressão diametral indicaram que os melhores valores são obtidos para peças contendo mais altas concentrações de resíduo e mais altas temperaturas de sinterização.

- Os valores obtidos de resistividade elétrica das peças cerâmicas são relativamente altos. Observa-se, no entanto, que a resistividade elétrica apresentou uma variação complexa com a adição do resíduo e temperatura de sinterização.
- Foi observado que as peças cerâmicas sinterizadas contendo resíduo apresentaram uma microestrutura altamente densificada com baixa concentração de poros abertos. Verifica-se também que, quanto maior a temperatura de sinterização, maior a densificação das peças cerâmicas.
- Os resultados mostraram que as fases cristalinas presentes nas peças cerâmicas sinterizadas são basicamente α -alumina, mullita, quartzo, além de cristobalita dependendo da temperatura de sinterização.
- Foi observado que a incorporação do resíduo de rocha ornamental tende a alterar a tonalidade das peças de porcelana aluminosa. Em geral tem-se o escurecimento da tonalidade com o incremento do resíduo de rocha ornamental.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para continuidade deste trabalho, algumas sugestões são apresentadas a seguir:

- Caracterização químico-ambiental das massas cerâmicas e peças cerâmicas sinterizadas preparadas.
- Análise quantitativa das fases cristalinas presentes nas peças cerâmicas sinterizadas.
- Testar novas formulações de porcelana elétrica aluminosa, inclusive utilizando-se outros tipos de resíduos sólidos poluentes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Albaro, J.L.A. (2000). A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde. *Cerâmica Industrial*. V.5, Nº 5, P. 23-28.

ALCOA (2009), Informações do produto (especificações técnicas). Pág. 1,2.

Associação Brasileira de Cerâmica (2009), Informações técnicas, fluxogramas. <http://www.abceram.org.br/asp/fg03.asp> (acessado 17/06/09).

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) Solo: Análise Granulométrica: NBR 7181-84. Rio de Janeiro- RJ.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) Solo: Determinação do Limite de Liquidez: NBR 6459 – 84. Rio de Janeiro – RJ.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) Solo: Determinação do Limite de Plasticidade: NBR 7180 - 84. Rio de Janeiro- RJ.

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984). Retração por secagem: MB - 305. Rio de Janeiro- RJ.

Bonetti, A.N., Tomelin, J.C., Alarcon, O.E., Novaes de Oliveira, A.P., Hotza, D. (2007). Desenvolvimento e Caracterização de massa porcelânica quartzosa tipo IEC 672 C-110 para isoladores elétricos de alta tensão. *51º Congresso Brasileiro de Cerâmica*. Anais de 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Salvador-Ba, Brasil.

Carneiro, B.S, Angélica, R.S, Scheller, T., Castro, E.A.S., Neves, R.S., (2003). Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará. *Cerâmica*, V. 49, Nº 312, São Paulo- SP.

Carvalho, M.R.S., Carrisso, R.C.C., Ribeiro, R.C.C. (2004). Aplicação de feldspatos extraídos de resíduos de pedreiras de granito nas indústrias de cerâmica

e vidro, buscando-se as tecnologias limpas. Série Anais da XII Jornada de Iniciação Científica, centro de tecnologia mineral. São Paulo – SP.

Chinelatto, A. L., Souza, D.P.F. (2004 a). Porcelanas elétricas aluminosas: Parte I – Revisão da literatura. *Cerâmica*, v.50, Nº.313.

Chinelatto, A. L., Souza, D.P.F. (2004 b). Porcelanas elétricas aluminosas: Parte II – desenvolvimento da microestrutura e sua influência no módulo de ruptura. *Cerâmica*, V. 50, Nº 315.

Chinelatto, A. L., (2002). Efeito de Terras Raras no desenvolvimento da Microestrutura e nas Propriedades de Porcelanas Aluminosas. Dissertação (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de S. Carlos. São Carlos – SP. 147f.

Goulart, E.P., Jordão, M.A.P., Souza, D.D.D., Kiyohara, P.K. (1990)

Correlação entre o comportamento mecânico e a microestrutura de porcelanas com teores crescentes de alumina, *Cerâmica*, V.36, P.32-40.

Janssen F. (2005), Influência dos Parâmetros de envelhecimento nas propriedades elétricas de isoladores cerâmicos para sistemas de potência. Dissertação (Mestrado em Física), Núcleo de Pós-Graduação do Departamento de Física, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão – SE. 93f.

Lolli, L., Nasseti, G., Marino, L.F.B. (2000), A preparação a seco das massas cerâmicas. *Cerâmica Industrial*.V. 5, Nº 2, P. 23-27.

Manhães, R.S.T, Auler L.T, Sthel, M.S, Alexandre, J., Massunaga, M.S.O, Carrió, J.G, Santos, D.R, Silva, E.C, Garcia-Quiroz, A, Vargas, H. (2002)
Soil characterisation using X-ray diffraction, photoacoustic spectroscopy and electron paramagnetic resonance. *ScienceDirect* , V. 21, P. 303 – 311.

Mártires, R. A. C. (2001) Balanço Mineral Brasileiro.

Moreira, J.M.S., Manhães, J.P.V.T., Holanda, J.N.F. (2005). Reaproveitamento de resíduo de rocha ornamental proveniente do noroeste fluminense em cerâmica vermelha. *Cerâmica* V. 51, Nº 319. São Paulo - SP.

Motta, J.F.M., Cabral Jr, M., Tanno, L.C., Zanardo, A. (2002). As Matérias-Primas Cerâmicas. Parte II: Os Minerais Industriais e as Massas da Cerâmica Tradicional. *Cerâmica Industrial* V. 7, N 01 Janeiro/Fevereiro: P. 33-40.

Motta, J.F.M., Cabral Jr., Tanno, L.C. (2001). As Matérias-Primas Cerâmicas. Parte I: O Perfil das Principais Indústrias Cerâmicas e Seus Produtos. *Cerâmica Industrial*, v.6, n.2, p.32

Nery, M.A.C., Silva, E. A. (2000) Balanço Mineral Brasileiro.

Norton, F.H. (1973). Introdução à Tecnologia Cerâmica. Ed. Edgard Blucher LTDA. São Paulo, 325 p.

Olupot, P. W (2006)., Assessment of Ceramic Raw Materials in Uganda for Electrical Porcelain. Thesis (Licentiate in Material Science), Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology (KTH), Stockholm, Sweden 20p.

Pinheiro, B.C.A., (2005). Análise microestrutural de porcelana tradicional. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 115 P.

Pinheiro, B.C.A, Silva, A.G.P, Holanda, J.N.F, (2005). Analise microestrutural de porcelana tradicional. *49º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Anais de 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Pedro - SP, Brasil.*

Portella, K.F., Garcia, C.M., Souza, G.P., Cantão, M.P., Caron, L.E., Baron, O., Rreifur, N., (1997). Caracterização de Materiais Empregados em Isoladores de Porcelana, tipo Pedestal, Utilizados na COPEL desde 1980. *Eletricidade Moderna, V. 277, P. 322-332.*

Ramos, L.J. (2001) Balanço Mineral Brasileiro.

Riella, H.G, Franjndlich, E.U. de C., Durazzo, M. (2002). Caracterização e utilização de fundentes em massas cerâmicas. *Cerâmica Industrial V.7, Nº 3, P.33-36.*

Santos, P. S. (1989). Ciência e tecnologia das Argilas. 2ª edição, São Paulo, Edgard blücher. V.01, 408 p.

Silva, A.G.P.,(2008). Apostila de Sinterização. Curso – Campos dos Goytacazes, RJ. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 30p.

Silva, S.P. (2001) Balanço Mineral Brasileiro.

Silva, A.G.P., Júnior, C.A (1998). A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. *Cerâmica. V. 44, Nº 290. São Paulo- SP.*

Souza, A.J., (2008). Estudo da substituição de fundente natural por resíduo de rocha ornamental em massa cerâmica para piso vitrificado. Dissertação (Mestrado

em Engenharia e Ciência dos Materiais). Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, 71 Pág.

Souza, P. S, Souza, H. S, Toledo, S.P. (2000). Standard Transition Aluminas. *Electron Microscopy Studies*. Mat. Res. v.3 Nº 4.

Sousa F.J.P, Neves W.F, Alarcon O.E. (2004). Estudo da viabilidade de obtenção de isoladores elétricos a partir de resíduo de esmaltação. *Cerâmica* V.50. P. 217 – 224.

Sousa, F.J.P, (2003). Estudo e desenvolvimento de alternativas para o aproveitamento de resíduo das indústrias de revestimento cerâmicos. Dissertação Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis - SC, 93 Fls.

Souza, G.P; Sanchez, R; Holanda, J.N.F, (2002). Características e propriedades físico-mecânicas de materiais caulíníticos queimados. *Cerâmica* V.48, Nº 306. São Paulo – SP.

Schmidt, P.N.S., Gumarães, N.M., Minatti, J.L., Claro, A.P.R.A. (2008). Avaliação de cerâmicas densas de TiO_2 obtidas por prensagem a seco para aplicações odontológicas. *18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*. Anais do 18º congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Porto de Galinhas- PE, Brasil.

Smith, W.S., (1998) Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais. 3ª ed. Ed. Mcgraw – Hill, 891 p.

Studart, A.R., Dias, L.L., Pandolfelli, V.C, Rodrigues, J.A, Menegazzo, B.A, Maurício, M.R.D. (1996). Utilização de alumina na fabricação de isoladores elétricos para alta tensão. *Cerâmica Industrial*, V. 01, N.04/05, P. 32-36.

Vieira, C. M. F.; Teixeira, S.S; Toledo R.; Souza, S.D.C.; Monteiro S. N. (2006). Porcelana elétrica com resíduo da serragem de rocha ornamental, parte 1: Evolução microestrutural, propriedades físicas e mecânicas. *Matéria* Rio de Janeiro - RJ, V. 11, nº. 04.