# ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES E MICROESTRUTURA DE PORCELANA ALUMINOSA

## TALITA FARIA DOS SANTOS

# UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY RIBEIRO -UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ Agosto – 2015

# ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES E MICROESTRUTURA DE PORCELANA ALUMINOSA

## TALITA FARIA DOS SANTOS

"Dissertação de mestrado apresentada ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências de Materiais".

Orientador: Prof. José Nilson França de Holanda

CAMPOS DOS GOYTACAZES – RJ AGOSTO- 2015

# ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES E MICROESTRUTURA DE PORCELANA ALUMINOSA

## TALITA FARIA DOS SANTOS

"Dissertação de mestrado apresentada ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências de Materiais".

Aprovado em 31 de agosto de 2015.

Comissão Examinadora:

Prof. Angelus Giuseppe Pereira da Silva (Ph.D.Ciências Técnicas) - UENF

Profa. Márcia Giardinieri de Azevedo (D. Sc. Engenharia Química) – UENF

Prof. Sidnei José G. Sousa (D.Sc. Engenharia e Ciência dos Materiais) - FAETEC

Prof. José Nilson F. de Holanda (D. Sc. Engenharia dos Materiais) – UENF Orientador

Dedico a meu esposo por ter estado ao meu lado, me incentivando a percorrer este caminho, pelo amor e compreensão de sempre. Aos meus pais Marley e Sebastião pelo apoio e orações, minhas irmãs Thaiana e Tatiana, pois sempre estenderam a mão amiga nos momentos difíceis, a Deus, pois sem Ele nada seria possível, e por meu filho que está a caminho!

#### AGRADECIMENTOS

A Deus, por todas as bênçãos recebidas e pelo que tem feito na minha vida.

Ao meu amado esposo Reginaldo Mário Siqueira, por sempre ter estado presente e disponível para o bem, para o sorriso e para a lágrima. Eu lhe agradeço por ser essa pessoa maravilhosa e esse marido exemplar. Eu te amo! Eu admiro você, e em você reconheço como sou abençoada, afortunada e feliz como nunca imaginei ser possível. A minha querida mãe Marley Fátima de Faria Santos e meu querido pai Sebastião Gomes dos santos Filho, a vocês, que se doaram inteiros e renunciaram aos seus sonhos, para que, muitas vezes, pudéssemos realizar os nossos.

As minhas irmãs Tatiana Gomes e Thaiana Faria, pelo amor e incentivo de sempre.

Ao meu professor e orientador deste trabalho José Nilson França de Holanda, pela paciência, compreensão, apoio e incentivo durante a realização deste trabalho. Por ser essa pessoa ética e admirável.

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

Aos técnicos e funcionários da UENF.

Aos meus amigos e companheiros de luta: Dhyemila Mantovani, Felipe Costa, Kelly Ventura, Kátia Isabel, Kátia Faria, Lorena Gonçalves, Lara Pessin, Mariane Costalonga, Tarcília Amaral e Thaís Cunha, pelo apoio, amizade e incentivo nas horas difíceis.

Ao aluno de graduação André Abílio pelo auxilio nos experimentos.

A UENF pela oportunidade oferecida para a realização do mestrado e 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	VI
Capítulo 1 - Introdução	01
1.1 - Aspectos Gerais	01
1.2 - Objetivos	02
1.3 - Justificativas	02
Capítulo 2- Revisão Bibliográfica	.04
2.1 – Porcelanas elétricas	04
2.1.1 – As propriedades das porcelanas elétricas	04
2.1.2 – Tipos de aplicações das porcelanas elétricas	06
2.2 - Processo de fabricação da porcelana elétrica	. 07
2.2.1 – Matérias-primas básicas para a fabricação da porcelana elétrica	. 09
2.2.1.1 – A Argila	09
2.2.1.2 – Caulim	. 09
2.2.1.3 - Feldspato	11
2.2.1.4 – Alumina	11
2.3 – Formulação e preparação das massas cerâmicas	11
2.3.1 – Moagem	12
2.4– Conformação das peças cerâmicas	. 12
2.5 – Secagem	. 13
2.6 – Sinterização	14
2.7 – Análise Microestrutural e de fases	. 16
2.8 – Reaproveitamento do resíduo de vidro	. 18
2.8.1 – Resíduos de vidros	18
2.8.2 – Reciclagem de Vidros	19
2.8.3- Definição de Vidro	20
2.8.4- Propriedades do vidro	23
2.8.5- Propriedades físicas	23
2.8.6- Propriedade mecânicas	24
2.8.7- Propriedades térmicas	. 24
2.9- A incorporação do resíduo de vidro em material cerâmico	24
CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1 - Matéria – primas utilizadas	29

3.2 - Caracterização das matérias primas	30
3.2.1 – Caracterização Mineralógica	30
3.2.2 – Caracterização química	30
3.2.3 – Caracterização física	31
3.3 – Formulação e preparação das massas cerâmicas	31
3.4 – Caracterização da massa cerâmica	32
3.5- Conformação das peças cerâmicas	33
3.6 – Secagem das peças cerâmicas	33
3.7- Queima das peças cerâmicas	34
3.8 – Propriedades Tecnológicas	34
3.8.1 – Retração Linear	34
3.8.2- Absorção de água	.35
3.8.3 – Massa específica aparente	35
3.8.4 -Porosidade aparente	35
3.8.5 – Resistividade elétrica de volume	36
3.9- Análises de fases e microestruturas das amostras sintetizadas	36
CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
4.1- Caracterização das matérias primas utilizadas	45
4.2- Caracterização das massas cerâmicas	45
4.3- Distribuição de tamanho de grânulos para massa cerâmica	45
4.4- Propriedades das peças cerâmicas pós secagem	46
4.5- Propriedades Tecnológicas das peças queimadas	48
4.6- Retração Linear das massas cerâmicas contendo resíduo de vidro	50
4.7- Análise microestrutural das peças queimadas	60
4.8- Análise por difração de raios-x das peças queimadas	66
4.9- Cor das peças cerâmicas queimadas	73
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES	76
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	78
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁGICAS	79

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1-Isoladores de apoio subestações	5
Figura 2.2-Fluxograma do processo de fabricação de isoladores de alta tensão.	7
Figura 2.3-Imagem MEV Cristais Caulinita	8
Figura 2.4-Estrututra Cristalina da caulinita	9
Figura 2.5-Torno e Chapelona em acrílico	11
Figura 2.6-Micrografia MEV das fases presentes na porcelana	
triaxial aluminosa	16
Figura 2.7-MEV indicando a estrutura do quartzo	16
Figura 2.8-Imagem MEV indicando grão de quartzo	17
Figura 2.9-Composição do vidro	20
Figura 3.1-Fluxograma das etapas envolvidas no trabalho de mestrado	29
Figura 4.1-Espectro de difração raio-x da argila	38
Figura 4.2-Espectro de difração raio-x do feldspato	39
Figura 4.3-Espectro de difração raio-x da alumina	39
Figura 4.4-Espectro de difração raio-x do caulim	39
Figura 4.5- Difratograma de raio-x do RVP	40
Figura 4.6- Difratograma de raio-x do RVTTV	40
Figura 4.7-Análise granulométrica das matérias-primas	42
Figura 4.8-Morfologia das partículas das matérias-primas	.43
Figura 4.9-Limites de Consistência de Atterberg das massas cerâmicas	
RVP	.43
Figura 4.10-Limites de Consistência de Atterberg das massas cerâmi	cas
RVTTV	44
Figura 4.11-Massa específica de Bulk RVP	46
Figura 4.12-Massa específica de Bulk RVTTV	46
Figura 4.13-Retração Linear MR	47
Figura 4.14-Retração Linear RVP	.48
Figura 4.15-Retração Linear RVTTV	48
Figura 4.16-Massa específica aparente RVP	51
Figura 4.17-Massa específica aparente RVTTV	51
Figura 4.18-Porosidade aparente das peças RVP	52
Figura 4.19-Porosidade aparente das peças RVTTV	53

Figura 4.20-Absorção de água MR	55
Figura 4.21-Absorção de água RVP	55
Figura 4.22-Absorção de água RVTTV	56
Figura 4.23-Resistividade elétrica MR	57
Figura 4.24- Resistividade elétrica RVP	58
Figura 4.25- Resistividade elétrica RVTTV	58
Figura 4.26- Micrografias MEV RVP 1150°C	59
Figura 4.27- Micrografias MEV RVP 1200°C	60
Figura 4.28- Micrografias MEV RVP 1250°C	60
Figura 4.29- Micrografias MEV RVTTV 1150°C	61
Figura 4.30- Micrografias MEV RVTTV 1200°C	61
Figura 4.31- Micrografias MEV RVTTV 1250°C	62
Figura 4.32- Micrografias MEV RVTTV 1300°C	62
Figura 4.33- Micrografias MEV RVTTV 1150°C	62
Figura 4.34- Micrografias MEV RVTTV 1200°C	62
Figura 4.35- Micrografias MEV RVTTV 1250°C	63
Figura 4.36- Micrografias MEV RVTTV 1300°C	63
Figura 4.37- Micrografias MEV RVP 1150°C e 1200°C	63
Figura 4.38- Micrografias MEV RVTTV 1250°C e 1300°C	64
Figura 4.39- Difratograma raio-x RVP10 1150°C	64
Figura 4.40- Difratograma raio-x RVP20 1150°C	65
Figura 4.41- Difratograma raio-x RVP30 1150°C	66
Figura 4.42- Difratograma raio-x RVP10 1200°C	66
Figura 4.43- Difratograma raio-x RVP20 1200°C	66
Figura 4.44- Difratograma raio-x RVP30 1250°C	67
Figura 4.45- Difratograma raio-x MR 1200°C	67
Figura 4.46- Difratograma raio-x RVTTV 1200°C	68
Figura 4.47- Difratograma raio-x RVTTV 1250°C	68
Figura 4.48- Difratograma raio-x RVP 1300°C	69
Figura 4.49- Difratograma raio-x RVTTV10 1300°C	69
Figura 4.50- Difratograma raio-x RVTTV20 1300°C	70
Figura 4.51- Difratograma raio-x RVTTV30 1300°C	70
Figura 4.52- Difratograma raio-x RVTTV 1250°C	71
Figura 4.53- Tonalidades amostra MR 1150°C a 1300°C	72

Figura 4.54- Tonalidades amostra RVP10 1150°C a 1300°C	72
Figura 4.55- Tonalidades amostra RVP20 1150°C a 1300°C	73
Figura 4.56- Tonalidades amostra RVP30 1150°C a 1300°C	73
Figura 4.57- Tonalidades amostra RVTTV10 1150°C a 1300°C	74
Figura 4.58- Tonalidades amostra RVTTV20 1150°C a 1300°C	74
Figura 4.59- Tonalidades amostra RVTTV30 1150°C a 1300°C	75

# ÍNDICE DE TABELAS

Figura 2.1-Propriedades da porcelana elétrica	4
Figura 2.2-Características do caulim	9
Figura 2.3-Sinterização de porcelana	. 14
Figura 2.4-Tipos de vidros recicláveis e não recicláveis	19
Figura 2.5-Definições de vidro	. 21
Figura 2.6-Características gerais dos vidros	22
Figura 3.1-Composição das massas cerâmicas	. 31
Figura 4.1-Composição química das matérias-primas	37
Figura 4.2-Fases cristalinas detectadas nas matérias-primas	41
Figura 4.3-Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas	. 43
Figura 4.4-Parâmetros físicos das massas cerâmicas	44
Figura 4.5- Propriedades dos corpos cerâmicos após secagem	45
Figura 4.6-Valores de retração linear das peças queimadas	49
Figura 4.7-Valores da massa específica aparente	52
Figura 4.8-Valores da porosidade aparente das massas cerâmicas	. 53
Figura 4.9-Valores de absorção de água das massas cerâmicas	. 54
Figura 4.10-Valores de resistividade elétrica das massas cerâmicas	. 57

Resumo da dissertação apresentada ao CCT-UENF como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

# ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO DE VIDRO NAS PROPRIEDADES E MICROESTRUTURA DE PORCELANA ALUMINOSA

### **Talita Faria dos Santos**

31 de Agosto de 2015

### Orientador: Prof. José Nilson França de Holanda

As porcelanas aluminosas são materiais cerâmicos complexos que apresentam propriedades dielétricas e mecânicas adequadas para aplicação como materiais de isolação elétrica em alta tensão. Estas porcelanas são geralmente produzidas a partir de formulações triaxiais a base de caulim, feldspato e alumina. Neste trabalho é estudada a possibilidade de substituir o feldspato sódico por uma matéria-prima alternativa, no caso resíduos de vidros. Diversas massas cerâmicas foram preparadas pelo processo via seca contendo até 30 % em peso de resíduo de vidro (resíduo de vidro plano e resíduo de vidro de TV) em substituição ao feldspato sódico. As peças cerâmicas foram preparadas por prensagem uniaxial a 50 MPa e queimadas em temperaturas entre 1150 a 1300 °C usando um ciclo de queima rápida (< 60 min). As peças queimadas foram caracterizadas em termos de propriedades técnicas (retração linear, absorção de água, massa específica aparente, resistividade elétrica de volume), análise de fases e microestrutura. Os resultados indicaram que a adição do resíduo de vidro e a temperatura de queima influenciaram ambos as propriedades técnicas e a microestrutura sinterizada. Foi constatado que a temperatura de queima de 1300 °C é a mais apropriada para produção de porcelana aluminosa contendo resíduo de vidro.

Abstract of the thesis presented to CCT-UENF as part of the requirements for obtaining Master Degree in Materials Engineering and Science.

# STUDY OF THE INCORPORATION OF GLASS WASTES ON THE PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF ALUMINOUS PORCELAIN

Talita Faria dos Santos

August 31, 2015

### Advisor: Prof. José Nilson França de Holanda

The aluminous porcelains are complex ceramic materials that have dielectric and mechanical properties suitable for use as electrical insulation materiais for high tension. These porcelains are usually produced from triaxial formulations using caulim, feldspar, and alumina. In this work is studied the possibility of replacing sodium feldspar with an alternative raw materal such as glass wastes. Several ceramic pastes were prepared by the dry process contaning up to 30 wt.% of glass waste (plan glass waste and TV glass waste) to replace sodium feldspar. Ceramic pieces were prepared by uniaxial pressing at 50MPa and fired at temperatures between 1150 and 1300 °C using a fast-firing cycle (< 60 min). The fired pieces were characterized in terms of technical properties (linear shrinkage, water absorption, apparent density, apparent porosity, mechanical strength, and volume electrical resistivity), phase analysis, and sintered microstructure. The results indcated that the addition of glass waste and firing temperature influenced both the technical properties and sintered microstructure. It was found that the firing temperature of 1300 °C is the most approriate for manufacture of aluminous electrical porcelain.

# **CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO**

#### **1.1 Aspectos Gerais**

A porcelana é um material duro e resistente, com porosidade próxima de zero, é formada de óxidos do sistema triaxial alumina-sílica-óxidos, e sua mistura básica é formada por caulim, feldspato e quartzo. Ela se distingue de outros produtos cerâmicos por sua vitrificação, transparência e resistência mecânica (Silva,2009).

Como isolador elétrico, a porcelana elétrica possui elevada resistividade elétrica, elevada rigidez dielétrica, também apresenta baixo teor de dissipação e baixa constante dielétrica (Silva,2009).

De acordo com Chinelatto e Souza (2004 a,b) as porcelanas são cerâmicas multifásicas produzidas à partir de matérias-primas naturais. Elas são utilizadas como materiais de engenharia com uma grande variedade de aplicações. Por sua natureza, a porcelana é considerada como uma das mais complexas de todas as cerâmicas. Em particular, as porcelanas elétricas triaxiais formadas por alumina, feldspato e caulim são chamadas de porcelanas aluminosas.

Dentre os principais tipos de porcelanas destacam-se as porcelanas triaxiais compostas por quartzo, feldspato e caulim. A substituição total ou parcial do quartzo por alumina tem sido utilizado para promover aumento da resistência mecânica (Chinelatto e Souza, 2004 a). Já as porcelanas aluminosas que são formadas por alumina, feldspato e caulim e utilizadas na fabricação de isoladores elétricos de alta tensão, possuem propriedades dielétricas adequadas e propriedades mecânicas superiores às das porcelanas que utilizam quartzo (Chinelatto e Souza 2004, a).

As porcelanas silicosas ricas em quartzo são utilizadas na fabricação de isoladores de baixa tensão. 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 Fe2O3, TiO2, CaO, MgO, Cr2O3, Na2O e K2O os mais estudados (Chinelatto e Souza, 2000).

Neste trabalho de dissertação de mestrado foi usado como aditivo dois tipos de resíduos de vidro, o resíduo de vidro plano (RVP) e o resíduo de vidro de tubo de TV( RVTTV) em substituição do feldspato sódico natural na formulação da massa cerâmica. O reaproveitamento e reciclagem de matérias são crescentes, e a conscientização ambiental vem fazendo parte das indústrias. A alternativa de reaproveitamento diminui o uso dos recursos naturais.

#### 1.2 Objetivos

Esta pesquisa teve como objetivo principal estudar o desenvolvimento e caracterização de porcelana elétrica aluminosa incorporada com resíduos de vidros, com ênfase especial sobre as propriedades físicas e microestrutura sinterizada. Ressalta-se que o resíduo de vidro é usado em substituição ao material fundente natural (feldspato sódico) nas formulações de porcelana aluminosa.

Os objetivos específicos estão relacionados abaixo:

√Formular, preparar e caracterizar as massas cerâmicas incorporadas com resíduos de vidros;

√Preparar corpos cerâmicos para porcelana elétrica.

√Caracterização física, mecânica e elétrica dos corpos cerâmicos através dos ensaios de absorção de água, retração linear, e resistividade elétrica.

 $\checkmark$ Análise microestrutural e de fases das peças cerâmicas.

#### **1.3 Justificativas**

Entender e elucidar o problema delineado justificaria, por si, a dissertação de mestrado. Isto decorre do fato de que é de grande interesse científico e prático a busca de alternativas viáveis para a valorização e reciclagem de resíduos sólidos poluentes. A gestão adequada destes resíduos reflete um equilíbrio entre a conservação de recursos naturais e o consumo.

No caso específico de resíduos de vidros é muito importante, pois no Brasil somente parte desses resíduos é reciclado de forma correta. Além disso, é importante estudar o entendimento da interação entre o resíduo e os componentes da massa cerâmica de referência da porcelana elétrica aluminosa. A reciclagem de resíduos, em especial a de vidro constitui uma oportunidade de transformação de uma fonte importante de despesas em fonte de faturamento ou de redução das despesas de deposição.

# **CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### 2.1- Porcelanas Elétricas

As porcelanas são constituídas por massas do tipo composta, formadas de argilas plásticas, caulins, quartzo, alumina e fundentes (feldspato, filito, carbonatos) (Motta et al; 2001). Especificamente, a porcelana elétrica é um isolador elétrico para redes de alta tensão ou de baixa tensão. Iqbal e Lee (2000) destacam que as porcelanas elétricas são aquelas que têm a função de garantir o isolamento de fios e cabos energizados em redes de baixa e alta tensão, interferindo na transmissão de energia a longa distância. Já Chen *et al.* (2004) destacam que as porcelanas elétricas são cerâmicas utilizadas com a função de isoladores por possuírem boa resistência mecânica, além de apresentar alta resistência dielétrica e baixa perda por fator de dissipação de calor. 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).

O setor da porcelana é formado por grande variedade de produtos que se identificam pela composição da massa, a temperatura de queima e o tipo de fundente a ser usado. Neste trabalho o direcionamento será para as porcelanas norteadas para uso como isoladores elétricos, ou seja porcelana elétricas.

#### 2.1.1- Propriedades das porcelanas elétricas

A propriedade fundamental de uma porcelana elétrica para alta tensão é a baixa quantidade ou ausência de poros abertos. Os poros fechados devem ser de preferência ausentes. De acordo com Portella *et al* (1997), a porosidade aberta medida pelo método de absorção de água deve ser menor do que 0,5 %. A porcelana elétrica é um material de baixa absorção de água devido ao alto conteúdo de fase vítrea após queima, bem como não deve apresentar trincas Portella *et al*, (1997).

A resistência mecânica das porcelanas é conseqüência do processamento cerâmico que lhe deu origem, bem como as matérias-primas e

suas características, processo de conformação, temperatura, tempo e atmosfera, estes fatores determinam a complexidade da microestrutura, à partir das fases que a promovem. São na sua maioria variáveis de difícil controle, tornando difícil a previsão das propriedades finais e, dentre essas, a resistência mecânica do corpo cerâmico (Bragança e Bergmann, 2004).

Já como isolador elétrico à porcelana elétrica possui elevada resistividade elétrica, elevada rigidez dielétrica, também apresenta baixo fator de dissipação e baixa constante dielétrica. Chinelatto e Souza (2004 a) definem a elevada resistividade elétrica pelo grau de oposição que o material oferece à passagem de corrente elétrica, permanecendo intacto, pois há apenas uma simples passagem de corrente elétrica.

Na Tabela 2.1 são apresentadas as principais propriedades técnicas de porcelana elétrica para isoladores de alta tensão, que é objetivo do presente estudo.

 Tabela 2.1 - Propriedades da porcelana elétrica para isoladores de alta tensão (Portella et al., 1997).

Propriedades	Valores médios
Massa específica, g/cm <sup>3</sup>	2,3 a 2,5
Resistência à tração, kgf/cm <sup>2</sup>	60 a 100
Resistência à compressão, Kgf/cm <sup>2</sup>	6000 a 8600
Módulo de elasticidade, Kgf/cm <sup>2</sup>	67 a 102
Condutividade térmica, cal/s/cm/ºC/cm	3,5 a 9,1 x10 <sup>-6</sup>
Fator de dissipação(50-60 Hz) a 20 ºC	20 a 56 x10 <sup>-3</sup>
Rigidez dielétrica, Kv/mm	36 a 45
Resistividade volumétrica(20 ºC), Ω.m	10 <sup>12</sup> a 10 <sup>14</sup>

A Figura 2.1(a) apresenta os isoladores de porcelana elétrica aluminosa de apoio dos condutores, fixados rigidamente, caso de barramento e subestações e painéis metálicos, enquanto que a figura 2.2(b) de porcelana elétrica silicosa aquelas compostas de laços pré-formados, de modo a permitir um pequeno deslocamento durante o ciclo de carga utilizados em rede de distribuição.



Figura 2.1(a) - Isoladores de apoio para subestações (SMR representações).



Figura 2.2(b) - Isoladores de suspensão (WWW.linhasdetransmissão).

## 2.1.2 - Tipos e aplicações das porcelanas elétricas:

O setor de porcelana é formado por grande variedade de produtos que se identificam pela composição da massa, temperatura de queima e o tipo de fundente a ser usado.

Para Smith (1998) 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.

Dentre os principais tipos de porcelanas destacam-se: As porcelanas triaxiais compostas por quartzo, feldspato e caulim. A substituição total ou parcial do quartzo por alumina tem sido utilizada para promover aumento da resistência mecânica (Chinelatto e Souza, 2004a). Outro tipo é a porcelana aluminosa que é formada por alumina, feldspato e caulim, a qual é utilizada na fabricação de isoladores térmicos de alta tensão. Este tipo de porcelana elétrica apresenta propriedades dielétricas adequadas e propriedades mecânicas superiores às das porcelanas que utilizam o quartzo (Chinelatto e Souza, 2004a).

#### 2.1.3 - Processo de Fabricação de Porcelana Elétrica

As porcelanas silicosas e aluminosas são as mais utilizadas como isoladores elétricos de alta e baixa tensão. Este trabalho terá foco na porcelana elétrica aluminosa, formada por alumina, feldspato e caulim. A substituição do quartzo por alumina tem sido feito para aumentar a resistência mecânica.

Segundo a ABC (2010) as matérias-primas empregadas na fabricação de produtos cerâmicos são classificadas em naturais e sintéticas. Os naturais são aqueles extraídos da natureza, ou que foram submetidos a algum tratamento físico para eliminação de impurezas indesejáveis, mas sem alterar a composição química e mineralógica do componente. Já as sintéticas são aquelas que individualmente ou em mistura foram submetidos a um tratamento térmico e químico.

De uma maneira geral, os isoladores elétricos são constituídos basicamente de 30% de caulim+argila, 30% de feldspato e 40% de quartzo, denominados isoladores de quartzo. Já os isoladores especiais recebem a adição de alumina, substituindo o quartzo, recebendo o nome de isoladores de alumina (Mamede Filho, 1994).

Segundo Schmit (1979), as quantidades de matérias-primas podem sofrer mudanças, de acordo com a aplicação que tem a porcelana. Em função das condições elétricas ou dielétricas, mecânicas e térmicas que o material tolerará, as porcentagens são estabelecidas com base no triângulo de composição da porcelana (Schimt,1979; Mamede Filho,1994). 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).

2.2.1 - Matérias-primas básicas para a fabricação da porcelana elétrica aluminosa

#### 2.2.1.1 - Argila

A argila plástica é a principal argila utilizada na indústria cerâmica. Os principais componentes são argilominerais, matéria orgânica, sais solúveis e partículas de quartzo, pirita, mica, calcita, dolomita e outros (Guggenheim e Martin, 1995).

Os principais grupos dos argilominerais são caulinita, ilita e esmectitas ou montmorilonita (Santos, 1989). As mais refratárias são as argilas constituídas essencialmente pelo argilomineral caulinita, pois são constituídos essencialmente de sílica (SiO<sub>2</sub>) e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Outros minerais presentes nas argilas, que são considerados como impurezas, podem muitas vezes afetar as características de uma argila para uma dada aplicação. Por isso as impurezas devem ser eliminadas ou atenuadas por processo físico denominado beneficiamento (Norton,1973).

#### 2.2.1.2 – Caulim

O caulim é um material formado por silicatos hidratados de alumínio, como a caulinita e a haloisita. É de coloração branca e funde a 1800 °C. Seu principal constituinte é a caulinita (Kulaif, 2005). A maioria das argilas puras é constituída principalmente de caulinita. Na figura 2.3 pode-se visualizar através do MEV a microestrutura da caulinita.

Segundo a Microcel Latino Americana (2008), o caulim é uma matériaprima cerâmica encontrada em diversas regiões do Brasil e do mundo.

Silva (2001) em seus estudos mostra as propriedades físicas do caulim, que são: granulometria grosseira, cristalinidade com lamelas hexagonais cristalizadas, resistência mecânica baixa e plasticidade baixa em comparação às outras argilas.



Figura 2.3 - Imagem (MEV) mostrando os cristais de caulinita (Tecmin, 2011).

O cristal da caulinita é composto por camadas paralelas constituídas por uma folha tetraédrica coordenada por átomos de silício e uma folha octaédrica coordenada por átomos de alumínio (Figura 2.4).



Figura 2.4 - Estrutura cristalina da caulinita (ebah, 2011).

Silva (2001) mostra em seus estudos que o caulim apresenta várias propriedades físicas, as quais estão resumidas na Tabela 2.2.

Característica	Observação
Granulometria	Grosseira
Cristalinidade	Lamelas hexagonais cristalizadas
Resistência mecânica	Baixa em comparação a outras argilas
Plasticidade	Baixa em comparação a outras argilas

Tabela 2.2 - Características do caulim (Silva, 2001).

#### 2.2.1.3. – Feldspato

Conforme a ABC (2010) e Microcel Latino Americano (2008) os feldspatos cobrem uma série de aluminosilicatos alcalinos ou alcalinos terrosos.

Os feldspatos estão presentes em todos os principais tipos de rochas, mas principalmente nas ígneas, o que dificulta a quantificação de suas reservas.

Para utilização em cerâmica, tem papel de fundente, pois seu ponto de fusão é menor do que da maioria de outros elementos. O feldspato é usado na fabricação de vidro, fitas, esmaltes (vidrados), placas cerâmicas, isoladores elétricos de porcelana, louça de mesa e louça sanitária (Ramos, 2001).

Para a indústria do vidro o feldspato fornece a alumina que facilita a aplicabilidade do vidro fundido, melhorando o produto final e dando-lhe uma estabilidade química maior, inibindo a vitrificação (Santos, 2012).

Na composição da porcelana o feldspato constitui o elemento fundente, possibilitando a sinterização via fase líquida.

#### 2.2.1.4 – Alumina

A alumina também chamada de óxido de alumínio, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, é insolúvel em água e líquidos orgânicos e não possui facilidade em dissolver em ácidos fortes e alcalinos (Santos,1989).

Segundo o instituto Alcoa (2010), o óxido de alumínio é produzido industrialmente por meio de calcinação de alumínio, obtido a partir da purificação da bauxita. Por se tratar de um material sintético, apresenta elevada consistência química e granulométrica, particularmente quando comparado com as fontes naturais de óxido de alumínio.

#### 2.3 - Formulação e preparação das massas cerâmicas

A preparação da massa cerâmica constitui-se na primeira fase no processo produtivo. Essa preparação visa uma massa ideal de plasticidade e fusibilidade, facilitando o manuseio e propiciando uma resistência mecânica na queima (Rocha,2012).

#### 2.3.1 – Moagem

No processo de preparação das massas há necessidade de que ela seja preparada de modo a propiciar a granulometria, morfologia e umidades adequadas para uma boa compactação. Para realização de tal etapa onde possui rigor na granulação da massa cerâmica existe dois processos distintos moagem via úmida e moagem via seca (Sampaio *et al*, 2007).

A moagem por via seca é feita por moinhos que permitem a obtenção de uma granulometria fina com superfície esférica e elevada que beneficie a gresificação da massa durante a sinterização. A granulação é feita de modo geral com um granulador de forma senoidal com adição de água.

Lolli *et al.* (2000) descrevem que o método por via seca envolve as etapas de moagem fina das matérias-primas e granulação do pó obtido. O processo a seco das massas cerâmicas, em relação ao sistema úmido, oferece algumas vantagens, que são destacadas como menores custos energéticos e de manutenção, menor impacto ambiental e redução de custos que são referentes aos defloculantes e aditivos.

Já a moagem via úmida conforme (Rosso *et al.* 2005) apontam que o processo é iniciado com a dosagem mediante uma formulação pré-determinada. Sendo necessário um controle rigoroso da pré-liberação das matérias-primas e da umidade de consumo das mesmas para que ocorra uma formulação de peso real conforme determinada. Este processo normalmente é utilizado para a fabricação de porcelanas elétricas.

#### 2.4 - Conformação das peças cerâmicas

Na etapa de conformação industrial o formato dos isoladores elétricos é definido por moldagem plástica com uso de extrusão/torneamento, por se tratar de peças radialmente simétricas (Silva,2010). A Figura 2.5 mostra o torno usado para a conformação dos isoladores



Figura 2.5 - Torno e Chapelona em acrílico (CST-Isoladores, 2007).

O processo de conformação de porcelana elétrica é dividido em três etapas: (Van Vlack, 1973), (Mamede Filho, 1994).

Fabricação de porcelana crua. Tem-se neste caso que de acordo com o tipo de isolador a ser fabricado um traço e as quantidades de cada matéria-prima são misturadas com água e mantidas por cerca de 30 horas em cilindro rotativo.

Depois que a mistura foi realizada vem à etapa de filtro prensagem, nesta etapa há a retirada vem à etapa de filtro-prensagem. Nesta etapa há a retirada do excesso da água que está na massa, propiciando a sua moldagem. Passa-se para a estrusão e torneação da massa. A massa passa por uma extrusora com câmera de vácuo para que ocorra a remoção do ar e compactação em forma cilíndrica. A torneação destes cilindros é desempenhada em fôrmas ou moldes. A etapa final consiste em vitrificação e sinterização. A peça de porcelana recebe por imersão a aplicação somente e apenas de uma camada de esmalte sintético na cor marrom ou branca. A etapa de sinterização consiste no momento que as peças vidradas são queimadas em fornos especiais em torno de 1300 °C.(Abceram)

### 2.5 - Secagem

Norton (1973) acrescenta que a secagem realiza-se em secadores e que o ambiente de secagem tem dupla função durante a mesma. Absorver os vapores formados à medida que a água deixa a superfície da peça, e fornecer o calor necessário para equilibrar o calor consumido pela evaporação.

Vieira (2003) argumenta que a fase de secagem é responsável pela redução da quantidade da água que foi utilizada para a moldagem de modo que a

sinterização do material seja ocorrida em tempo industrialmente aceito. Faz-se necessário o cuidado com a velocidade de secagem das peças, pois a secagem superficial ocasiona o aparecimento de fissuras quando a água interna tentar migrar para fora da peça.

Alvarez (2014) expõe que o processo da secagem depende consideravelmente da forma de ligação da umidade com a matéria, sendo que quanto mais forte é a ligação, tanto mais difícil é de ocorrer à secagem.

Segundo o GTACR (2010), os processos de secagem podem ser: secagem por atomização, secagem de umidade controlada, secagem de microondas, secagem de suspensões, secagem supercrítica e secagem por congelamento.

Existem inúmeros tipos de secadores como: naturais, artificiais, de câmara, túnel, fontes de calor, etc. Os atuais procedimentos industriais são os secadores de câmaras ou túneis a base de vagonetes que circulam em contra corrente do ar que vem do torno.

#### 2.6 - Sinterização de porcelanas

A sinterização consiste no processo de consolidação do produto durante a queima, isto é, compreende um processo em que um conjunto de partículas em contato recíproco, sob a influência da temperatura, converte-se em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica, podendo, inclusive, torna-se totalmente denso (Silva, 2008).

Na sinterização das porcelanas, Chinelatto(2004 a) aborda que na ocorrência da sinterização da porcelana triaxial diversas reações químicas ocorrem pela ação da temperatura, tempo e atmosfera do forno que são destacadas a seguir:

Transformação da caulinita em metacaulinita, que ocorre aproximadamente a 550°C. Esta reação é endotérmica e é acompanhada pela reorganização do alumínio octaedricamente coordenado para um alumínio tetraedricamente coordenado na metacaulinita (Chinellato e Souza, 2004).

Transformação do quartzo  $\alpha \rightarrow \beta$  a 573°C.

Transformação da metacaulinita para uma estrutura tipo espinélio e uma fase amorfa de sílica livre, a qual ocorre a 980°C.

14

Início da formação da fase líquida ao se atingir a temperatura eutética (aproximadamente 990°C para o feldspato potássico).

Formação da mulita a aproximadamente 1075ºC a partir da fase do espinélio.

A alumina permanece inerte durante a sinterização, tendo uma taxa de dissolução no vidro feldspático muito baixa até a temperatura de 1450°C.

As principais reações do processo de sinterização das porcelanas são abordadas na Tabela 2.3.

Temperatura em grau Celsius/Reação	Ocorrências
550	Ocorre a transformação da caulinita em
$AI_2Si_2O_5(OH)_4$ (caulinita) $\beta_{a}\alpha$	metacaulinita.
Al2O3-2SiO2 (metacaulinita) + 2 H2O	A reação é acompanhada pela
	reorganização dos átomos de alumínio
	coordenados octaedricamente na caulinita
	para tetraedricamente ordenadas na
	metacaulinita.
	Essa reação é endodérmica e libera água.
990	Ocorre o início da formação da fase
	líquida para o feldspato potássio.
1050	Ocorre o início da formação da fase
	líquida para o feldspato sódico.
1075	Ocorre a formação da mulita
Acima de 1.100	Nas porcelanas triaxiais aluminosas, o
	quartzo residual provenientes de
	matérias-primas sofre dissolução.
Acima de 2.500	Nas porcelanas triaxiais aluminosas, o
	quartzo residual provenientes de matérias
	primas praticamente desaparecendo.
Até 1.450	A alumina permanece inerte durante a
	sinterização, tendo uma taxa de
	dissolução no vidro feldspático muito
	baixa.

**Tabela 2.3 -** Sinterização de porcelanas (Chinelatto e Souza, 2004a e b).

### 2.7 - Análise Microestrutural e de fases

Chinelatto e Souza (2004b) colocam que as porcelanas são produzidas a partir de misturas de matérias-primas naturais que, por sua vez contém vários componentes e, geralmente, com larga distribuição granulométrica. Com isto, a microestrutura das porcelanas é multifásica e cada fase com suas peculiaridades tais como: amorfa ou cristalina, medida e forma de grão, coeficiente de expansão térmica e transição de fase. Também a microestrutura das porcelanas apresenta defeitos devido às características inerentes das matérias-primas ou interações entre elas em alta temperatura ou devido ao processamento cerâmico.

Chinelatto e Souza(2004a) destacam que durante o processo da sinterização da porcelana triaxial a mulita secundária é formada a partir da superfície da argila caulinítica, e se desenvolve em direção ao líquido proveniente do feldspato. Este líquido é mais fluido que o procedente da argila, pois possui uma elevada quantidade de íons alcalinos e alcalinos terrosos e, como decorrência, os cristais de mulita secundária são maiores que os da mulita primária.

Na Figura 2.6 (Chinelatto e Souza, 2004 a) apresentam micrografias obtidas por MEV que mostram as fases que existem na porcelana aluminosas, e na figura 2.7 pode-se ver a estrutura da porcelana triaxial de quartzo, onde são visíveis os grãos de mulita primária, secundária e de quartzo. Na Figura 2.8 pode-se observar um grão de quartzo com as fissuras características na matriz vítrea.



**Figura 2.6** - Micrografias obtidas por MEV das fases presentes na porcelana triaxial aluminosa(Chinelatto e Souza,2004 a)



**Figura 2.7** - Imagem de MEV indicando a estrutura do quartzo (Chinelatto e Souza, 2004 a).



Figura 2.8 - Imagem do MEV indicando o grão de quartzo (Bragança e Bergman, 2004 a).

Nas porcelanas a propriedade mais sensível à microestrutura é a propriedade mecânica. Buscando sempre melhorar esta propriedade tem-se a substituição do quartzo por alumina nas composições das porcelanas. Com isto elimina-se um grande número de defeitos introduzidos pela transição de fase que as partículas de quartzo sofrem no resfriamento. Nas porcelanas triaxiais aluminosas diversas composições são possíveis e cada uma delas tem uma microestrutura e propriedades características. Estão diretamente associadas à microestrutura desenvolvida durante o processamento cerâmico as propriedades dielétricas e mecânicas (Chinelatto e Souza, 2004a,b).

#### 2.8 - Reaproveitamento de resíduo de vidro em porcelana

Notamos quer vem aumentando a cada dia mais a quantidade de resíduos sólidos poluentes gerados em atividades industriais e urbanas. Esta situação tem levado à sociedade na busca por meios alternativos de disposição final que sejam ambientalmente corretos e com baixo custo.Um caso em particular são os resíduos sólidos de vidros que são gerados em enormes quantidades.

O problema da reciclagem do resíduo de vidro não é uma tarefa simples, principalmente para aqueles vidros que contém quantidades significativas de metais pesados.

Um dos métodos mais promissores para a reciclagem de vidros é a incorporação deles em massa cerâmica para a fabricação de produtos cerâmicos.

De acordo com as características e influência sobre as propriedades das formulações e corpos cerâmicos, pode-se agrupar os resíduos sólidos, quando absorvidos pela indústria cerâmica em: redutores de plasticidade, fundentes, combustíveis, cinzas volantes, resíduos de incineração de rejeitos urbanos e radioativos. Ressalva que uma classificação sistemática dos resíduos é muito complexa, em virtude da grande variabilidade de suas propriedades e de sua influência nas formulações de corpos cerâmicos e, sendo assim, a classificação realizada neste trabalho tem intuito de facilitar a visualização e a abordagem do tem (Menezes *et al*,2002 a).

### 2.8.1 - Resíduos de vidros

Com a incorporação do resíduo de vidro está se zelando pela sociedade. É um relevante processo na proteção ambiental.

Uma das soluções viáveis é a utilização do processo de reaproveitamento, que são muito usadas em processos industriais, que proporcionam o fim racional para o resíduo e ao mesmo tempo diminui o consumo dos recursos naturais como matéria-prima. O vidro pode ser reciclado diversas vezes sem perder suas propriedades. A reciclagem nos dias atuais começa a se tornar não só um diferencial, mas sim um princípio básico para as indústrias em todos os ramos.

### 2.8.2 - Reciclagem de vidros

De acordo com Abividro (2010), a reciclagem de vidros ocorre principalmente por meio de derretimento do vidro usado para a produção de um novo vidro. Na reciclagem tradicional os vidros são selecionados por cores: incolor, verde e marrom. De modo geral, os vidros encontrados nos lixões são provenientes do lixo doméstico e comercial, abrangendo garrafas, lâmpadas incandescentes, molduras, janelas e potes de conservação para alimentos.

Na reciclagem de vidros são utilizados dois processos básicos: derretimento e moagem. O derretimento é considerado o processo mais comum e mais conhecido, ele requer menor energia para a fundição. Nesse processo o vidro é submetido à nova fusão (derretimento) e é muito utilizado em escala industrial.

No processo de moagem o vidro é moído ou quebrado em cacos, objetivando a obtenção de menores granulometrias. Importante na moagem é evitar ou reduzir ao máximo a contaminação do produto moído.

Em geral os resíduos de vidros podem ser classificados como recicláveis e não recicláveis. Isto significa que um volume considerável de resíduos de vidros não pode ser reciclado via processos tradicionais. A Tabela 2.4 apresenta os diversos tipos de vidros que são mais facilmente recicláveis (Abivirdro,2010).

Vidros recicláveis	Vidros não-recicláveis
Garrafas de bebidas alcoólicas e não	Espelhos, vidros de janela e box de
alcoólica (refrigerantes, cerveja, suco,	banheiro, lâmpadas, cristal.
água, vinho, etc).	
Frascos em geral (molhos, condimentos,	Ampolas de remédios, formas, travessas e
remédios, perfumes e produtos de limpeza)	utensílios de mesa de vidro temperado.
Potes de produtos alimentícios	Vidros de automóveis
Cacos de embalagens	Tubos de televisão e válvulas.

 Tabela 2.4 - Tipos de vidros recicláveis e não-recicláveis (Abividro, 2010)

### 2.8.3 - Definição de vidro

O vidro é um material obtido a partir da fusão de matérias-primas, principalmente minerais, resfriado até uma condição de rigidez, sem se cristalizar. O vidro é um material não – poroso comum, que resiste a temperaturas de até 150°C sem deformar, por isso pode ser reutilizado várias vezes para a mesma finalidade. Por ter uma estrutura molecular amorfa, o vidro pode ser reciclado infinitas vezes sem perder qualidade nenhuma, bastando para isso ser devidamente separado em três cores, verde, branco e marrom. Neste processo, a coleta seletiva tem uma importância fundamental (PRS).

A Figura 2.9 mostra a composição do vidro sem cacos, ou seja, explorando apenas a matéria prima natural, e o vidro com cacos (de vidro pós-consumo), que é o ambientalmente mais correto.



Figura 2.9 - Composição do Vidro. Fonte: Abividro, 2009

A composição do vidro pode variar de acordo com a sua aplicação, mas é basicamente sílica, óxido de cálcio e óxido de sódio; as composições individuais são muito variadas devido às pequenas alterações feitas para proporcionar propriedades específicas (como índice de refração, cor, viscosidade, etc) (PRS).

O vidro pode ser definido a partir de dois pontos, estrutural e operacional. Do ponto de vista estrutural o vidro pode ser definido como um sólido não cristalino. Já do ponto de vista operacional o vidro é um sólido obtido através do congelamento de um líquido sem cristalização. Do ponto de vista tecnológico a definição de vidro seria "vidro é um sólido, não cristalino, que apresenta o fenômeno de transição vítrea"(Elliott, 2009;Paul,1982). A tabela 2.5 apresenta algumas definições de vidro utilizadas na década de 1990(Alves ,2001).

Tabela 2.5 -	Definições de	vidro (Alves,2001)
--------------	---------------	--------------------

Autores	Definições
Elliott [1990]	"Vidros são materiais amorfos que não
	possuem ordem translacional a longo
	alcance(periodicidade), característica de
	um cristal. Os termos amorfos e sólidos
	não-cristalino são sinônimos nesta
	definição. Um vidro é um sólido que exibe
	uma transição vítrea".
Zarzycki [1991]	"Um vidro é um sólido não cristalino
	exibindo o fenômeno de transição vítrea".
Doremus [1994]	"Vidro é um sólido amorfo. Um material é
	amorfo quando não tem ordem a longa
	distância, isto é, quando não há uma
	regularidade no arranjo dos constituintes
	moleculares, em uma escala maior do que
	algumas vezes o tamanho desses grupos.
	Não é feita distinção entre as palavras
	vítrea e amorfas".
Varshneya [1994]	"vidro é um sólido que tem a estrutura do
	tipo de um líquido, um sólido "não
	cristalino" ou simplesmente um sólido
	amorfo, considerando a característica de
	amorfo como uma descrição da desordem
	atômica, evidenciada pela técnica de
	difração de difração raio-X".
Shelby [1997]	"Vidro é um sólido amorfo com ausência
	completa de ordem a longo alcance e
	periodicidade, exibindo uma região de
	transição vítrea". "Qualquer material,
	inorgânico, orgânico ou metal, formado por
	qualquer técnica, que exibe um fenômeno
	de transição vítrea é um vidro".

Os vidros podem ser fabricados utilizando-se diversos tipos de matériasprimas, sendo que as principais são: areia, barrilha, bórax, calcário, dolomita, feldspato, nefelina sienito, sulfato de sódio, silicato de chumbo, entre outros. É importante destacar que o próprio caco de vidro pode também ser utilizado. O processo de fabricação inicia com a formulação da mistura a seco das matériasprimas selecionadas de acordo com o tipo de vidro que se deseja fabricar (Elliot 2009, Paul,1982).

De acordo com a ABIVIDRO existe uma grande diversidade de formulações de vidros em função da aplicação, processo de produção e disponibilidade de matérias-primas. A tabela 2.6 apresenta as características gerais dos vidros.

Tipos de vidros	Características						
Sílica vítrea	Processo de fusão lento. São preparadas com areia de sílica ou						
	cristais de quartzo e por processo de deposição de vapor.						
	Apresentam coeficiente de expansão térmico muito baixo. São						
	utilizados para a produção de fibra ótica.						
Silicatos	Óxidos alcalinos são excelentes fluxos. Adição de alcalinos diminui a						
alcalinos	resistência química do vidro.						
Vidros	Eles compreendem, de longe, a família de vidros mais antiga e						
sodo-cálcicos	largamente utilizada. Constituem a maior parte das garrafas, frascos,						
	potes, janelas, bulbos e tubos de lâmpadas.						
Vidros	São vidros nobres aplicado em copos e taças finas. São usados						
ao chumbo	largamente nas indústrias eletro-eletrônica e ótica.						
Vidros	Apresentam alta resistência ao choque térmico. São empregados						
borossilicatos	em produtos de mesa que podem ser levados ao forno. São						
	resistentes ao ataque químico.						
Vidros alumino-	Utilizados em tubos de combustão, fibras de reforço, vidros com alta						
borossilicatos	resistência química e vitro-cerâmicos.						

Tabela 2.6 -	Características gerais dos vidros (ABIVIDRO,	, 2010)
--------------	--	---------

Sabe-se que o vidro é um material utilizado no nosso dia a dia de diferentes formas, na construção civil, na produção de embalagens, móveis, utensílios domésticos entre outros.

#### 2.8.4 - Propriedades do vidro:

Os vidros são sólidos e cristalinos e são considerados amorfos, produzem estruturas desordenadas e apenas uma ordem de alcance(~0,1nm) (Lucena,2004).

As principais propriedades do vidro são: mecânicas, ópticas, elétricas, durabilidade química e propriedade física. Na tabela 2.7 resume as muitas propriedades do vidro.

Tipo de	Densidade-	Módulo de	Índice de	Expansão	Ponto
vidro	K/gm3	Young(GPa)	refração	térmica	amolecimento(°C)
Sílica Vítria	2,20	69	1,46	5,5	1667
Sodo- cálcico	2,50	69	1,51	87	735
Borossilicato	2,23	68	1,47	32	820
Fibra de vidro	2,57	87	1,54	60	830

 Tabela 2.7 - Propriedades de vidros comerciais (Callister, 2007).

#### 2.8.5 - Propriedade Física

Segundo Saint Gobain Glass(2000) e Akerman(2000) a viscosidade de um vidro é uma das mais importantes propriedades sob o ponto de vista da tecnologia empregada na elaboração e conformação do vidro. Ela determina as condições de fusão, temperaturas de trabalho e recozimento, comportamento na afinagem, temperatura máxima de utilização e taxa de vitrificação.

A viscosidade do vidro varia com a composição e temperatura. A viscosidade do vidro, em função da temperatura, é propriedade muito importante na sua fabricação (Akerman,2000).

O vidro possui 16 vezes mais resistência do que o granito (Saint Gobain Glass,2000; Akerman,2000).
#### 2.8.6 - Propriedades Mecânicas

O vidro é um material elástico, nunca apresentando deformações permanentes, mas, contudo é frágil em temperatura ambiente (setor vidreiro).

A resistência à tração geralmente varia de 300 a 700kgf/cm2 e depende de fatores como umidade, temperatura, estado de superfície, corte, dentre outros. O vidro tem grande resistência à ruptura, podendo ser utilizado em pisos, pois é duro e rígido; porém não sendo apropriado para aplicações sujeitas a impactos. (setor vidreiro).

#### 2.8.7 - Propriedades Térmicas

O vidro possui propriedades térmicas significantes como: temperatura máxima de trabalho, calor específico, condutividade térmica, expansão térmica, transmissão térmica (Giacomini, 2008). A dilatação linear é expressa por um coeficiente que mede o alongamento expresso em unidades de comprimento para uma variação de 1 °C. Este coeficiente é geralmente dado para um intervalo de temperaturas de 20 a 300 °C. O coeficiente de dilatação linear do vidro é de 9.10-6 (setor vidreiro).

#### 2.9 - A incorporação do resíduo do vidro em material cerâmico

Os resíduos de vidros são usados como uma matéria-prima de baixo custo na substituição às matérias-primas naturais, tornando-a atrativa para o destino final de materiais de resíduos sólidos.

Yousef *et al*(1998) estudaram a incorporação de resíduo de vidro de sodo-cálcico(casco) em massas cerâmicas visando à fabricação de azulejos e pisos. As matérias primas utilizadas foram caracterizadas do ponto de vista químico, mineralógico e térmico. Em particular a composição química em massa em % neste trabalho apresenta 65%(AL2O<sub>3</sub> 2SiO<sub>2</sub> 2H<sub>2</sub>O); 20% quartzo(SiO<sub>2</sub>); 5% (K<sub>2</sub>O 3AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e 10% (K<sub>2</sub>O AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 6 SiO<sub>2</sub>).

A adição de até 33% de vidro de soda ao caulim e outros componentes mostrou-se promissor à fabricação de pisos, queimando-se em 1100 °C por uma hora. As massas cerâmicas foram prensadas a 20,7 MPa e queimadas nas temperaturas de queima entre 950 e 1100 °C, com tempo de patamar variando entre 1 e 3hs. O efeito da incorporação do vidro nas propriedades tecnológicas e na microestrutura sinterizadas via DRX e MEV/MO foi avaliado para as amostras queimadas. Os resultados mostraram que a adição de resíduo de vidro influencia a melhoria da resistência mecânica (Yousef *et al*,1998).

A composição contendo 23% de resíduo em 1100 °C por 3 horas obteve a melhor resistência mecânica à compressão. O uso deste resíduo foi recomendado como um aditivo para o seu potencial econômico.(Yousef *et al*,1998).

Setz (2001) utilizou 6 e 13% de vidro soda cal na massa cerâmica da mistura argila Tanguá visando a utilização deste resíduo para verificar a possibilidade ou não desta incorporação. As matérias primas utilizadas foram caracterizadas dos pontos de vista químico, mineralógico e térmico. Essa argila foi seca a 110 °C por 24hs e misturada ao pó de um moinho de bolas. Após a moagem os corpos sofreram prensagem uniaxial, com uma umidade utilizada de 5%. A taxa de aquecimento utilizada na calcificação 350 °C/h até 600 °C e 220 °C/h de 600 °C até 1000 °C.

O estudo demonstrou que a adição de resíduo de pó de vidro a 6% e 13% aumentou a tensão característica de ruptura obtida pelo método de Weibull (para o corpo queimado), reduziu a AA do corpo queimado e aumentou a retração linear na queima.

Pereira Filho *et al.* (2002) utilizaram pó de vidro soda-cal obtido a partir de moagens consecutivas de vidros automotivos e com graus de verde que foi adicionado a um tanguá da região de Jundiaí, SP, argila empregada na fabricação de blocos e telhas cerâmicas, nos teores de 5,10 e 15% em massa.

Dando início trabalhou-se em moinho de martelos, para reduzir as placas de vidro a cacos e depois em moinho planetário de modo a transformar esses cacos em pó com a granulometria desejada. Para casa dimensão foram preparados 6 corpos de prova nas dimensões de (60x20x3)mm<sup>3</sup>

Esses corpos de provas foram prensados em prensa uniaxial com compressão de 25MPa. Os corpos de prova após a prensagem foram pesados e depois medidos em paquímetro digital, registrando o comprimento, largura e espessura de cada um. Foram secos na estufa a 110 °C durante 15hs, sendo medidos e pesados também assim que deixavam a estufa. Queimados com patamar de 1 hora a 950 °C e velocidade de aquecimento de 5 °C/minuto.

Ao sair do forno os corpos de prova foram pesados e medidos novamente, para se obter os valores de retração linear, densidade geométrica e perda ao fogo.

Foram submetidos ao ensaio de flexão em três pontos determinando sua tensão de ruptura à flexão. Foram imersos em água destilada que foi colocada para ferver durante 2 horas, para que logo depois fosses feitas as pesagens de massa seca, úmida e imersa, para se determinar as propriedades cerâmicas do material.

Os resultados indicaram que quando se aumenta o teor do vidro obtém-se uma redução sensível na absorção de água(10,5% para 2,0%) e na porosidade (21,9% para 5,0%) do material, bem como um aumento significativo na resistência à flexão (11,8 para 31,3 MPa). Foi observado também que com o aumento da carga de pó de vidro tem-se um aumento na densidade geométrica do material, tanto antes como após a queima.

Lucena *et al.(*2008) apresentaram estudos que mostra a eficácia no uso do resíduo de vidro de soda cal em obras de pavimentação. Através dos ensaios mecânicos e de caracterização pode-se comprovar a eficácia da utilização de tais resíduos.

Os materiais usados foram: Areia, CAP 50/70, pó de pedra, brita, e o resíduo de vidro plano. O resíduo de vidro foi submetido a um apiolamento e em seguida triturado no moinho de bolas a fim de deixar sua granulometria compatível com a normalizada para fíler. Foram realizados ensaios Marshall com incrementos de filer, em relação ao peso do corpo de prova, de 3%, 4%, 5% e 6%.

O ensaio de compressão diametral foi realizado segundo a norma do DNIT-ME 138/94(9) utilizando um compactador mecânico.

A caracterização química do vidro indica que este possui características de vidro de soda-cal de acordo com os valores percentuais dos óxidos de sódio(7,90%) e cálcio(5,60%).

Quanto à estabilidade tem-se que a estabilidade exigida, segundo o Departamento Nacional de Infraestrutura e Transporte (DNIT) é de 500kgf para 75 golpes, a qual foi alcançada para todos os corpos de prova moldados. Nota-se um aumento da estabilidade até o teor de 4% que em seguida sofre um declínio. Já a resistência à tração com adição de vidro proporciona um aumento da resistência à tração entre 2 a 4%, sofrendo um decréscimo no teor de 5%. Os resultados indicam que a utilização de 4% (em peso) do resíduo do vidro é o teor ideal para atender o que preconiza o procedimento do DNIT e da ASSTHO para diminuir a susceptibilidade à presença de água.

Yuruyen e Toplan (2009) apresentaram em seus estudos a viabilidade da utilização de resíduos de pó de vidro e cinzas em conjunto para a produção de porcelana. Ao invés do quartzo utilizaram cinzas na composição da porcelana selecionada. Os resíduos de vidro foram adicionados parcialmente e totalmente em substituição ao feldspato potássico. Foi selecionada uma base para a composição da porcelana, composta de 50% de caulim, 30% feldspato potássico e 25% de quartzo e cinzas.

As amostras foram realizadas em um forno elétrico, com uma taxa de aquecimento de 108 °C/min em 1100, 1150 e 1200 °C. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por DRX e MEV. Aos 10, 15, 20 e 25% além de resíduos de vidro, a energia de ativação aparente foi calculada em 145; 113,5; 70,4 e 53,74Kj/mol, respectivamente (Caldas,2012).

Verificou-se que a energia de ativação diminuiu com o aumento de sinterização e a introdução de resíduos de vidro. Apresentaram em seus estudos que cinzas volantes, contendo uma grande quantidade de SiO<sub>2</sub> e AL2O<sub>3</sub> pode ser um bom material para a porcelana. Portanto, os pesquisadores tem utilizado cinzas volantes, um subproduto das usinas termelétricas, como fonte alternativa de alumínio-silicato de matéria-prima, substituindo uma parte natural de argilas cauliníticas e quartzo em composições de porcelanato.

Além disso, os resíduos de vidro, quando incorporadas em uma mistura, têm um bom potencial como novo fundente, em substituição do tradicional feldspato, e torna possível obter a microestrutura vítrea durante a sinterização de porcelana.

Bragança e Bergman (2004) Utilizaram pó de vidro como fundente de cerâmicas triaxiais, para essa atividade utilizaram-se uma batelada de 25% quartzo, 50% de caulim e 25% feldspato (porcelana tradicional-PT) e uma batelada de 25% quartzo, 50% de caulim e 25% de vidro sodo-cálcico moído(porcelana de vidro-PV). A composição química do vidro era de aproximadamente: SiO<sub>2</sub> 70%, Na<sub>2</sub>O 20%, CaO 6% e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2%. As amostras foram secas em 48 horas no ar e em estufa a 110 °C por 24 horas.

27

Também foram queimadas em forno elétrico a taxa de 150 K/h até atingir a temperatura ótima em um intervalo entre 1200 °C e 1420 °C, com patamar de 30 minutos. Deste procedimento encontrou-se a melhor temperatura de queima de 1240 °C para PV e 1340 °C para PT. As fases foram analisadas em difratômetro de raio X e coeficiente de expansão térmica em aparelho dilatômetro Harrop. O parâmetro de tenacidade à fratura foi determinado conforme metodologia proposta por Hubner. Quanto ao módulo de Weibull encontrado foi de 12,8 para PV e 16,8 para PT. O menor módulo de Weibull obtido para a porcelana PV significa que um processamento mais cuidadoso desta formulação é necessário, principalmente na queima, de modo a reduzir a dispersão de valores por motivos extrínsecos à formulação. Comparando-se a porcelana PV com a porcelana PT mostrou-se que a utilização de vidro sodo-cálcico como fundente substituindo o feldspato é possível, produzindo-se uma porcelana de boa qualidade.



Figura 3.4 – Funções relativas dos óxidos nos vidros (Navarro, 1991).

# **CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo são descritos os materiais e métodos empregados nesta dissertação de mestrado, que envolvem diversas etapas relacionadas tanto com matérias-primas quanto com os ensaios utilizados. A Figura 3.1 apresenta o fluxograma experimental desenvolvido.



Figura 3.1 – Fluxograma das etapas envolvidas no trabalho de mestrado.

# 3.1 - Matérias-primas utilizadas

Neste trabalho foram utilizadas as seguintes matérias-primas na formulação e preparação de peças cerâmicas: caulim, argila plástica, feldspato sódico (albita), alumina-α e resíduos de vidros.

O caulim e o feldspato sódico são materiais comerciais fornecidos pela Armil Mineração do Nordeste LTDA. A argila plástica é proveniente do pólo de cerâmica vermelha da região de Campos de Goytacazes-RJ, a qual foi coletada numa empresa local. A alumina-α foi fornecida pela ALCOA.

Neste trabalho foram utilizados dois tipos de resíduos de vidros (resíduo de vidro plano (janela) e resíduo de vidro de tubo de raios catódicos de televisão em cores). Os resíduos coletados na forma de cacos foram submetidos a processo de cominuição com o objetivo de transformá-lo em pós finos. Em etapa posterior todas as matérias-primas usadas neste trabalho foram colocadas na granulometria desejada.

#### 3.2 - Caracterização das Matérias-Primas

#### 3.2.1 - Caracterização mineralógica

As matérias-primas foram submetidas à análise mineralógica qualitativa via difração de raios-X em um difratômetro convencional marca Shimadzu, modelo XRD-700 utilizando-se radiação monocromática de Cu-K $\alpha$ , variação angular  $2\theta = 10 - 70^{\circ}$  e velocidade de 1,5°/min. A identificação das fases cristalinas foi feita através da comparação do ângulo de difração de Bragg, da distância interplanar e da intensidade relativa dos principais picos, com as fichas padrão JCPDS (JCPDS, 1995).

## 3.2.2 - Caracterização química

A composição química das matérias-primas foi determinada por fluorescência de raios-X e expressa na forma de óxidos.

A perda ao fogo (PF) das matérias-primas foi determinada de acordo com a equação:

$$PF(\%) = [(M_s - M_c)/M_s] \times 100$$
(3.1)

Onde Ms é a massa da amostra seca a 110°C e Mc é a massa da amostra calcinada a temperatura de 1000°C durante 1h.

## 3.2.3 – Caracterização física

A análise granulométrica foi feita seguindo a norma NBR 7181-84 (ABNT,1984), através de uma combinação das técnicas de peneiramento e sedimentação. A densidade real do RVP e RVTTV foi determinada por picnometria de acordo com a norma da ABNT NBR 6508 (ABNT, 1984).

## 3.3 - Formulação e Preparação das Massas Cerâmicas

Neste trabalho foi utilizada uma massa cerâmica típica para porcelana elétrica aluminosa. Esta massa corresponde à massa cerâmica de referência (MR) formada de uma mistura de caulim, argila plástica, feldspato sódico e alumina, cuja composição é dada por: 20 % em peso de caulim, 25 % em peso de argila plástica com baixo teor de ferro, 35 % em peso de albita e 20 % em peso de alumina- $\alpha$  (Silva, 2009). As demais massas cerâmicas foram formuladas a partir da substituição gradual do fundente natural, no caso a albita, pelos respectivos resíduos de vidros (resíduo de vidro plano – RVP e resíduo de vidro de tela de TV – RVTTV) (Tabela 3.1).

Massa	Caulim	Argila	Alumina	Albita	RVP	RVTTV
Cerâmica		Plástica				
MR	20	25	20	35	0	0
RVP10	20	25	20	25	10	-
RVP20	20	25	20	15	20	-
RVP30	20	25	20	5	30	-
RVTTV10	20	25	20	25	-	10
RVTTV20	20	25	20	15	-	20
RVTTV30	20	25	20	5	-	30

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

Neste trabalho as massas cerâmicas foram preparadas pelo processo de granulação via seca. As matérias-primas foram submetidas a secagem em estufa 110 °C durante 24 h. 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 µm ABNT). Por fim, as amostras pesadas conforme a formulação descrita na Tabela 3.1, foram submetidas a processo de mistura/homogeneização em misturador cilíndrico durante 30 minutos.

Após mistura, as massas cerâmicas foram umidificadas com adição de aproximadamente 7 % de água e granuladas manualmente em uma peneira de abertura 40 mesh (420 µm ABNT). Por fim foram acondicionadas em sacos plásticos e colocadas em dessecador durante 24 h para efeito de homogeneização da umidade.

#### 3.4 - Caracterização das Massas Cerâmicas

As massas cerâmicas preparadas foram submetidas às seguintes caracterizações: difração de raios-X, composição química, distribuição de tamanho de grânulos, limites de consistência de Atterberg, morfologia dos grânulos, massa específica aparente dos grânulos, massa específica vibrada e índice de Hauner.

A mineralogia das massas cerâmicas foi determinada de acordo com os procedimentos descritos no item 3.2.1 e a composição química foi determinada via fluorescência de raios-X.

A análise granulométrica das partículas individuais das massas cerâmicas foi feita seguindo a norma NBR 7181-84 (ABNT), através de uma combinação das técnicas de peneiramento e sedimentação. Já a análise granulométrica dos grânulos obtidos pelo processo via seca foi feita por peneiramento. Os limites de consistência de Atterberg foram determinados segundo as normas NBR 6459-84 (limite de liquidez) e NBR 7180-84 (limite de plasticidade).

As propriedades físicas dos pós granulados por via seca foram determinados de acordo com procedimentos descritos por Silva(2009). A massa específica aparente dos grânulos ( $\rho_g$ ) foi obtida a partir da razão entre a massa de grânulos ( $M_g$ ), em gramas, que ocupa o volume aparente ( $V_a$ ), em cm<sup>3</sup>, de um recipiente cilíndrico de volume conhecido. A massa específica vibrada ( $\rho_v$ ) 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 corresponde a razão entre a massa específica vibrada dos grânulos ( $\rho_v$ ) e a massa específica aparente dos grânulos ( $\rho_g$ ).

A morfologia e textura dos grânulos foram avaliadas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (Shimadzu, modelo SSX-550), utilizando-se voltagem de aceleração de elétrons de 15 kV. Os grânulos foram metalizados com uma fina camada condutora de ouro sobre a superfície das partículas do pó.

#### 3.5 - Conformação das Peças Cerâmicas

A conformação das peças cerâmicas foi feita por prensagem uniaxial em matriz de aço inoxidável usando uma prensa hidráulica, marca Schwing Siwa, modelo PHMA, capacidade máxima de 15 toneladas. As amostras (diâmetro de 16 mm e altura de 10 mm) foram prensadas a 50 MPa (Silva, 2009).

## 3.6 - Secagem das Peças Cerâmicas

A etapa de secagem das peças cerâmicas conformadas foi feita em estufa a temperatura de 110 °C durante 24 h. As seguintes propriedades de secagem foram determinadas: retração linear e massa específica bulk.

A retração linear de secagem (RL<sub>s</sub>) dos corpos cerâmicos foi determinada de acordo com a norma MB-305 (ABNT) pela seguinte expressão:

$$RLs = \underline{Lu} - \underline{Ls} \times 100$$
(3.2)

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 (± 0,01 mm).

A determinação da massa específica *bulk* (ρ<sub>b</sub>) dos corpos cerâmicos após secagem foi obtida de acordo com a seguinte expressão:

$$\rho_{\rm b} = \underline{\rm Ms}$$
Vs
(3.3)

Onde  $M_S$  representa a massa, em gramas, dos corpos cerâmicos secos e  $V_S$  é o volume, em cm<sup>3</sup>, dos corpos cerâmicos secos.

33

# 3.7 - Queima das Peças Cerâmicas

Os corpos cerâmicos foram sinterizados em forno de queima rápida, marca MAITEC, modelo FSQC-1300/3 nas seguintes temperaturas: 1150° C, 1200° C, 1250° C e 1300° C. As etapas do ciclo de queima rápida utilizado, com aproximadamente 60 minutos de duração frio a frio, foram:

# a) Etapa de aquecimento

•Temperatura ambiente até 500° C com taxa de aquecimento de 70° C min<sup>-1</sup>;

• 500° C até 600° C, com taxa de aquecimento de 25° C.min<sup>-1</sup>;

•600 °C até a temperatura máxima com taxa de aquecimento de 50° C. min<sup>-1</sup>.

# b) Patamar de temperatura máxima de queima

• Permanência de 6 minutos na temperatura máxima de queima.

# c) Etapa de resfriamento

• Máxima temperatura de queima até 600° C, com taxa de resfriamento de 120° C.min<sup>-1</sup>;

•600° C até 100° C, com taxa de resfriamento de 25° C.min<sup>-1</sup>.

# 3.8 - Propriedades Tecnológicas

# 3.8.1 – Retração linear

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

$$RLs = Ls - Lq \times 100$$
 (3.4)

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 24 h para 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:

$$AA = \underline{Mu - Ms} \times 100$$
(3.5)

Onde M<sub>u</sub> representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água e M<sub>s</sub> 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):

$$MEA = \underline{Ms} \times 100$$
(3.6)  
$$Mu - Mi$$

Onde M<sub>u</sub> representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água, M<sub>s</sub> representa a massa (g) dos corpos cerâmicos secos e M<sub>i</sub> 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:

$$PA = \underline{Mu - Ms} \times 100$$
(3.7)  
$$Mu - Mi$$

35

Onde M<sub>u</sub> representa a massa (g) dos corpos cerâmicos saturados com água e M<sub>s</sub> representa a massa (g) dos corpos cerâmicos secos e M<sub>i</sub> representa a massa (g) do corpo cerâmico imerso em água, que será medida pelo método da balança hidrostática.

## 3.8.5 – Resistividade elétrica de volume

A resistividade elétrica de volume das peças cerâmicas 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 ( $\rho$ ) 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:

Onde:  $\rho$  = Resistividade elétrica ( $\Omega$ .cm), A = área da seção do material (cm<sup>2</sup>), L = espessura do material (cm).

## 3.9 - Análises de Fases e Microestrutural

A análise qualitativa das fases cristalinas presentes nas amostras sinterizadas foi feita por difração de raios-X realizados em um difratômetro convencional marca Shimadzu, modelo XRD-7000, utilizando-se radiação Cu-Kα. A avaliação da microestrutura das cerâmicas queimadas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). 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 - Caracterização das matérias-primas utilizadas

A composição química das matérias-primas utilizadas é apresentada na Tabela 4.1. As matérias primas apresentaram óxidos de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, como componentes básicos. Nota-se que a argila apresenta certo teor de óxido de ferro, onde o óxido de ferro é uma das impurezas mais frequentes nas argilas. O feldspato utilizado é uma albita, o qual é rico em sódio, entretanto o sódio não foi detectado por limitação do equipamento devido ao peso atômico. O RVP apresentou elevado teor de sílica (SiO<sub>2</sub>) e óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O). São óxidos fundentes relacionados à vitrificação. O RVTTV possui menor quantidade de óxidos alcalinos, mais possui alta concentração de óxido de chumbo, ajudando na densificação da estrutura e elevando os óxidos fundentes.

Óxidos	Argila	Alumina	RVTTV	Caulim	Feldspato	RVP
SiO2	50,14	0,027	48,6	49,70	69,55	74,47
Al2O3	26,93	99,70	1,67	33,74	18,82	0,76
CaO	0,37		2,80	0,30	0,17	6,97
K2O	0,85		7,68	1,97	1,47	0,18
Fe2O3	3,82	0,022	0,11	0,22	0,14	0,43
SO2	1,70			-		
TiO2	1,41			0,01	0,017	0,9
Na2O		0,12	7,32	0,52	9,63	
MgO			1,80	0,061	0,09	4,30
PbO			24,94			
PF	14,83	0,03	0,02	13,52	0,10	12,04

Tabela 4.1 – Composições quími	icas das matérias-primas (% em peso).
--------------------------------	---------------------------------------

PF = Perda ao fogo

Os difratogramas de difração de raios X das matérias primas são mostrados nas Figuras 4.1 - 4.6. As fases cristalinas detectadas em cada matériaprima estão apresentadas na Tabela 4.2. Na argila foram detectadas caulinita, quartzo e um pouco de mica, sendo a provável fonte do óxido de potássio encontrado na análise química. O feldspato é do tipo sódico formado por albita e impureza de quartzo. A alumina foi encontrada na sua fase alfa. O Caulim apresentou como fases a caulinita e quartzo como impureza.



Figura 4.1 - Espectro de difração de raios X da argila.



Figura 4.2 - Espectro de difração de raios X do feldspato.



Figura 4.3 - Espectro de difração de raios X da alumina.



**Figura 4.4 –** Difratograma de raios-X do caulim: C - Caulinita; M – Mica moscovita; Q – Quartzo.



Figura 4.5 – Difratograma de raios-x do resíduo de vidro plano.



Figura 4.6 – Difratograma de raios-x do resíduo de RVTTV.

Matéria-prima	Minerais encontrados				
Argila	Quartzo	(SiO2),	Caulinita	(Al2Si2O5(OH)4),	Mica
	KAI2(AISi	3010)			
Feldspato	Albita (NaAlSi3O8) e Quartzo-α (SiO2)				
Alumina	Alumina (	Al2O3)			
Caulim	Caulinita (Al2Si2O5(OH)4), Quartzo-α (SiO2)				

 Tabela 4.2 - Fases cristalinas detectadas nas matérias-primas por difração de raios X.

A Figura 4.7 mostra a distribuição de tamanho de partículas das matérias-primas utilizadas. Como pode ser observado, as matérias primas apresentam distintos comportamentos granulométricos. As amostras de argila e feldspato sódico apresentaram granulometrias mais finas, enquanto que caulim e alumina granulometrias mais grosseiras. Pois quanto mais fina for a granulometria da massa, maior será a reatividade das partículas durante a sinterização, favorecendo as reações de formação de novas fases cristalinas e melhorando as propriedades físicas. Bonetti(2009), estudou a influência da granulometria nas massas cerâmicas com aplicação nos isoladores elétricos e conclui que os melhores resultados foram com 325 Mesh.



Figura 4.7– Análise Granulométrica das matérias-primas.

As morfologias das partículas das matérias-primas utilizadas são apresentadas na Figura 4.8. Observa-se que o pó de alumina é composto de partículas finas formando aglomerados de morfologia arredondada. O feldspato sódico é composto de partículas irregulares. A argila e caulim são compostos essencialmente de placas finas, as quais estão relacionadas à presença do argilomineral caulinita. Estes pós também se apresentam na forma aglomerada. Os resíduos de vidros apresentam morfologia tipicamente irregular proveniente de processo de cominuição usado na produção do pó de vidro.



**Figura 4.8 –** Morfologias das partículas das matérias-primas: a) alumina b) argila; c) feldspato sódico; d) caulim; e) RVTTV; f) RVP.

# 4.2- Caracterização das massas cerâmicas

# 4.3 - Distribuição de tamanho de grânulos para a massa cerâmica.

Na Tabela 4.3 são apresentados os limites de consistência de Atterberg para cada massa cerâmica estudada. A incorporação dos resíduos RVP e RVTTV provocou um pequeno aumento na plasticidade geral das massas cerâmicas. O IP indica que os resíduos de RVP e RVTTV podem ser usados em cerâmica vermelha, sendo que as massas cerâmicas devem apresentar valor de IP compreendidos entre 10<IP<35%(Dondi,2003). O limite de plasticidade nos resíduos RVP e RVTTV também mostrou que estão na faixa recomendada para cerâmica vermelha (LP=18%-30%). Desta forma os resíduos estudados possuem trabalhabilidade em cerâmica vermelha.

	Limite de	Limite de	Índice de
Massa Ceramica	Liquidez (%)	Plasticidade (%)	Plasticidade (%)
MR	35,8	19,8	15,2
RVP20	38,5	20,4	18,3
RVP30	38,6	21,1	17,8
RVTTV10	36,1	20,1	16,2
RVTTV20	38,6	20,3	18,5
RVTTV30	38,8	21,2	18,01

**Tabela 4.3 –** Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas.



**Figura 4.9 -** Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas RVP(10,20 e 30%)



Figura 4.10 - Limites de consistência de Atterberg das massas cerâmicas RVTTV (10,20 e 30%)

	Características dos Pós					
Massa Cerâmica	MEAG (g/cm <sup>3</sup> )	MEVB (g/cm <sup>3</sup> )	IH			
MR	0, 61	0, 63	1, 03			
RVP10	0, 61	0, 63	1, 03			
RVP20	0, 53	0, 53	1, 01			
RVP30	0, 52	0, 53	1, 01			
RVTTV10	0, 61	0, 63	1, 03			
RVTTV20	0,53	0,54	1,01			
RVTTV30	0,61	0,62	1,03			

Tabela 4.4 – Parâmetros físicos das massas cerâmicas preparadas.

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

# 4.4 - Propriedades das peças cerâmicas após secagem

A Tabela 4.5 mostra 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 4.7 e 4.8.

Massa Cerâmica	Propriedades de Secagem			
	MEB (g/cm <sup>3</sup> )	RLs (%)		
MR	1,67	0,20		
RVP10	1,74	0,23		
RVP20	1,76	0,26		
RVP30	1,78	0,25		
RVTTV10	1,77	0,23		
RVTTV20	1,78	0,24		
RVTTV30	1,79	0,25		

Tabela 4.5 – Propriedades dos corpos cerâmicos após secagem.



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



Figura 4.12 – Massa específica Bulk dos corpos cerâmicos após secagem.

Observa-se na Tabela 4.5 que o efeito da adição do RVP e RVTTV foi o de aumentar a massa específica bulk dos corpos cerâmicos. Isto acontece devido ao fato do resíduo contribuir para um maior empacotamento das massas granuladas. Nota-se que os corpos cerâmicos apresentaram baixo valor de retração linear durante o processo de secagem. Esta característica é importante para evitar trincas, fissuras e empenamento no corpo cerâmico.

## 4.5 - Propriedades Tecnológicas das peças queimadas

As Figuras 4.13 – 4.15 apresentam o comportamento da retração linear das peças cerâmicas em função da temperatura de queima, cujos valores estão resumidos na Tabela 4.6. Observa-se que ambos a adição dos resíduos de vidros e temperatura de queima influenciam o comportamento da retração linear.



Figura 4.13 – Retração linear da massa MR em função da temperatura de queima.



**Figura 4.14 –** Retração linear das massas cerâmicas contendo resíduo de vidro plano em função da temperatura de queima.



**Figura 4.15 –** Retração linear das massas cerâmicas contendo resíduo de vidro de TV em função da temperatura de queima.

Amostras	Retração Linear de Queima (%)						
	1150ºC	1200ºC	1250ºC	1300ºC			
MR	1,89	2,04	2,16	9,36			
RVP10	4,69	6,45	7,14	10,21			
RVP20	5,53	7,35	9,19	10,76			
RVP30	5,65	7,07	8,01	9,19			
RVTTV10	5,88	7,14	8,67	10,14			
RVTTV20	4,97	7,04	8,54	10,08			
RVTTV30	5,55	7,13	8,05	9,25			

Tabela 4.6 – Valores de retração linear das peças queimadas.

A Figura 4.13 mostra que a massa cerâmica de referência (MR) apresenta distintos comportamentos de retração linear dependendo da temperatura de queima. Para temperaturas entre 1150 e 1250 °C as peças cerâmicas apresentaram baixa retração de queima (1,89 – 2,16 %). Quando a temperatura foi elevada até 1300 °C um aumento significativo da retração linear ocorreu (9,36 %). Neste caso o aumento da temperatura reduz a viscosidade da fase líquida, facilitando com que os espaços vazios entre as partículas que ainda não se fundiram sejam preenchidos, resultando na diminuição do volume de poros e a conseqüente retração da peça.

As Figuras 4.14 e 4.15 mostram que a retração linear é influenciada pela adição de ambos resíduos vidros. A partir de 1150 °C pode-se notar o brusco incremento da retração linear para amostras com até 20% de RVP e RVTTV adicionado. As amostras com 30% de RVP e RVTTV queimadas acima de 1150 °C tendem a apresentar menor retração linear, provavelmente causada devido à sobrequeima. O maior valor de retração linear encontrado foi para a temperatura de 1300°C para a formulação com 20% de resíduo de vidro plano (RVP) com cerca de 10,76 %.

As Figuras 4.16 e 4.17 apresentam o comportamento da massa especifica aparente (MEA) das peças cerâmicas em função da temperatura de queima e adição de resíduo de vidro, cujos valores estão resumidos na Tabela 4.5.

Os resultados das Figuras 4.16 e 4.17 mostram que as adições dos resíduos de vidros influenciaram na densificação das peças cerâmicas. A partir de 1250°C, nota-se que a adição do resíduo promoveu uma maior densificação das peças cerâmicas. Em particular, o resíduo RVTTV contribuiu para maior densificação das peças, devido à presença de chumbo que provavelmente atua como um fundente. A MEA pode diminuir com mais adição de resíduo, resultando no inchamento das peças de porcelana elétrica aluminosa. Isto ocorre devido à formação de porosidade fechada na estrutura das peças cerâmicas.

As Figuras 4.18 e 4.19 apresentam o comportamento da porosidade aparente das peças cerâmicas em função da temperatura de queima, cujos valores estão resumidos na Tabela 4.8. Observa-se também que ambos a adição dos resíduos de vidros e temperatura de queima influenciam o comportamento da porosidade aparente. Além disso, a porosidade aparente das peças cerâmicas apresentou um comportamento muito similar ao observado para a massa específica aparente. Verifica-se que em 1300 °C foram obtidos os menores valores de porosidade aparente. Com o aumento da temperatura a viscosidade da fase líquida é reduzida, diminuindo os poros e acontecendo a retração. Conforme Tallini Junior(2009), a retração linear é uma propriedade que depende da composição da massa e das condições de queima. Caldas(2012), encontrou nas amostras com 30 e 40% de RVP queimadas a 1050°C uma retração menor, provavelmente causada devido à granulometria grosseira.



**Figura 4.16 –** Massa específica aparente das peças cerâmicas de referência e contendo resíduo de vidro plano em função da temperatura de queima.



**Figura 4.17 –** Massa específica aparente das peças cerâmicas contendo resíduo de vidro de TV em função da temperatura de queima.

Amostras	Massa Específica Aparente (g/cm <sup>3</sup> )						
Amostras	1150ºC	1200ºC		1250ºC		1300ºC	
MR	1,68	1,89		2,32		2,47	
RVP10	2,10	2,32		2,49		2,46	
RVP20	2,06	2,39		2,44		2,46	
RVP30	2,04	2,24		2,36		2,39	
RVTTV10	2,18	2,40		2,47		2,46	
RVTTV20	2,13	2,39		2,48		2,46	
RVTTV30	2,11	2,22		2,44		2,41	

Tabela 4.7 – Valores de massa específica aparente das peças cerâmicas.



**Figura 4.18 –** Porosidade aparente das peças cerâmicas de referência e contendo resíduo de vidro plano em função da temperatura de queima.



**Figura 4.19 –** Porosidade aparente das peças cerâmicas contendo resíduo de vidro de TV em função da temperatura de queima.

	Porosidade Aparente (PA)					
Amostras	1150ºC	1200ºC	1250ºC	1300ºC		
MR	34,18	32,69	32, 66	11,49		
RVP10	18,46	18,42	18,39	6,05		
RVP20	15,16	15,11	14,07	8,46		
RVP30	13,83	13,79	13,66	6,33		
RVTTV10	12,70	12,65	12,45	7,29		
RVTTV20	12,56	12,61	12,43	7,11		
RVTTV30	12,49	12,58	12,41	7,08		

Tabela 4.8 – Valores de porosidade aparente das peças cerâmicas.

As Figuras 4.20 - 4.22 apresentam o comportamento da absorção de água das peças cerâmicas em função da temperatura de queima, cujos valores estão resumidos na Tabela 4.9. Observa-se que ambos a adição dos resíduos de vidros e temperatura de queima influenciam o comportamento da absorção de água. Como esperado, o aumento da temperatura de queima tende a diminuir a absorção de água das peças cerâmicas. Isto está em acordo com os resultados de massa específica aparente e porosidade aparente. Já adição de ambos resíduos de vidros apresentou uma variação complexa da absorção de água. Nota-se que a incorporação de 30 % de RVP e RVTTV à temperatura de 1300°C são obtidos os menores valores de absorção de água.

A absorção de água é uma propriedade física usada em normas técnicas para especificar produtos cerâmicos para aplicações diversas. Para as porcelanas elétricas a absorção de água deve apresentar um valor de ≤ 0,5 %. Assim, as seguintes amostras estudadas apresentam valores de absorção de água que caracteriza a obtenção de porcelana aluminosa: 1250 °C (MR) e 1300 °C (RVP10, RVP20, RVP30, RVTTV10, RVTTV20 e RVTTV30. Mota(2001), aponta que os valores de referência adequados para porcelana aluminosa variam de 0% a 0,5%.

	Absorção de Água (%)						
Amostras	1150ºC	1200ºC	1250ºC	1300ºC			
MR	8,63	6,25	0,05	0,86			
RVP10	12,50	7,15	3,26	0,17			
RVP20	10,55	8,62	8,62	0,53			
RVP30	8,62	7,40	2,73	0,47			
RVTTV10	5,99	7,04	0, 86	0,54			
RVTTV20	5,38	4,00	1,13	0,53			
RVTTV30	6,67	6,26	1,04	0,46			

Tabela 4.9 – Valores de absorção de água das peças cerâmicas.



**Figura 4.20 –** Absorção de água da massa MR em função da temperatura de queima.



**Figura 4.21 –** Absorção de água das massas cerâmicas contendo resíduo de vidro plano em função da temperatura de queima.



**Figura 4.22 –** Absorção de água das peças cerâmicas contendo resíduo de vidro de TV em função da temperatura de queima.

As Figuras 4.23 - 4.25 apresentam o comportamento da resistividade elétrica das peças cerâmicas em função da temperatura de queima, cujos valores estão resumidos na Tabela 4.8. Observa-se que ambos a adição dos resíduos de vidros e temperatura de queima influenciam o comportamento da resistividade elétrica.

Os resultados mostram que os valores obtidos para resistividade elétrica das peças cerâmicas preparadas neste trabalho são relativamente altos. Verifica-se que o efeito da temperatura de queima foi aumentar o valor de resistividade devido à maior densificação. De modo similar à adição de resíduo de vidro tende a aumentar a resistividade elétrica, independentemente do tipo de resíduo de vidro. Medeiros(1994), indica que a resistividade elétrica é inversamente proporcional a porosidade, quanto maior porosidade, menor resistividade.

	Resistividade elétrica (Ω.cm x 10 <sup>10</sup> )					
Amostras	1150ºC	1200°C	1250ºC	1300°C		
MR	0,45	0,56	2,48	7,56		
RVP10	0,86	4,54	15,45	18,36		
RVP20	1,34	5,18	24,07	28,17		
RVP30	4,03	11,06	24,90	29,06		
RVTTV10	0,79	4,05	16,49	19,07		
RVTTV20	1,45	6,06	24,89	27,75		
RVTTV30	5,02	12.34	25,46	29,33		

Tabela 4.10 – Valores de resistividade elétrica das peças cerâmicas.


Figura 4.23 – Resistividade elétrica da massa MR em função da temperatura de

queima.



**Figura 4.24 –** Resistividade elétrica das massas cerâmicas contendo resíduo de vidro plano em função da temperatura de queima.



**Figura 4.25 –** Resistividade elétrica das peças cerâmicas contendo resíduo de vidro de TV em função da temperatura de queima.

### 4.7 - Análise microestrutural das peças queimadas

As Figuras 4.26 - 4.38 apresentam as micrografias obtidas por microscopia ópticas para as amostras com 0, 10, 20 e 30% de RVP e RVTTV nas temperaturas de 1150°C à 1300°C. Pode-se notar à medida que se adiciona resíduo de vidro e aumenta a temperatura de queima tende a ocorrer o aumento gradativo da fase vítrea e diminuição da porosidade. Isto corrobora as propriedades físicas estudadas. A vitrificação das peças em alta temperatura é visível.



**Figura 4.26 –** Micrografias obtidas por MEV com 0,10, 20 e 30% de RVP com aumento de 500x, queimadas a 1150°C.



**Figura 4.27 –** Micrografias obtidas por MEV com 0,10, 20 e 30% de RVP com aumento de 500x, queimadas a 1200°C.



**Figura 4.28 –** Micrografias obtidas por MEV com 0,10, 20 e 30% de RVP com aumento de 500x, queimadas a 1250°C.



**Figura 4.29 –** Micrografias obtidas por MEV com 10 e 20% RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1150°C.



**Figura 4.30 –** Micrografias obtidas por MEV com 10, 20%e RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1200°C.



**Figura 4.31 –** Micrografias obtidas por MEV com 10, 20 % de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1250°C.



**Figura 4.32 –** Micrografias obtidas por MEV com 10, 20 % de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1300°C.



**Figura 4.33 –** Micrografias obtidas por MEV com 30 % de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1150°C.



**Figura 4.34 –** Micrografias obtidas por MEV com 30 % de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1200°C.



**Figura 4.35 –** Micrografias obtidas por MEV com 30% de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1250°C.



**Figura 4.36 –** Micrografias obtidas por MEV com 30 % de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1300°C.



**Figura 4.37 –** Micrografias obtidas por MEV com 30% de RVP com aumento de 500x, queimadas a 1150 A 1200°C.



**Figura 4.38 –** Micrografias obtidas por MEV com 30% de RVTTV com aumento de 500x, queimadas a 1250 e 1300°C.

#### 4.8 - Análise por Difração de raios-X das Peças Queimadas

As Figuras 4.39 - 4.52 apresentam os difratogramas de raios-X das amostras queimadas sem resíduo e com adições de resíduos de vidros (RVP e RVTTV). Observa-se que a partir de 1150°C a caulinita não é mais detectada devido à eliminação da água de constituição, transformando-se em metacaulinita (fase amorfa). Entretanto podem ser notadas fases cristalinas como quartzo, alumina e mullita secundária. Observa-se ainda nessas figuras que a adição do resíduo de vidro não modificou a composição de fases das massas cerâmicas.



**Figura 4.39 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP10 sinterizada a 1150°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita



**Figura 4.40 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP20 sinterizada a 1150°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.41 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP30 sinterizada a 1150°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.42 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP10 sinterizada a 1200°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.43 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP20 sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.44 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP30 sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α–Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.45 –** Difratograma de raios-X da amostra MR sinterizada a 1200°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.46 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV sinterizada a 1200°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.47 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.48 –** Difratograma de raios-X da amostra RVP sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A -  $\alpha$ -Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.49 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV10 sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.50 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV20 sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.51 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV30 sinterizada a 1300°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.



**Figura 4.52 –** Difratograma de raios-X da amostra RVTTV sinterizada a 1250°C: Q – Quartzo; A - α-Alumina; M – Mullita.

## 4.9- Cor das Peças Cerâmicas Queimadas

Uma característica importante é a cor dos corpos cerâmicos após a sinterização. As Figuras 4.53 - 4.59 apresentam os padrões de tonalidade das cores das peças cerâmicas incorporadas com resíduos de RVP e RVTTV, para todas as temperaturas de sinterização.

De acordo com as Figuras 4.53 - 4.59 a substituição do feldspato sódico (albita) com resíduos de RVP e RVTTV tende a alterar a tonalidade das peças cerâmicas queimadas. 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub>).



Figura 4.53 - Tonalidades das amostras MR, sinterizadas entre 1150°C à 1300°C.



**Figura 4.54 -** Tonalidades das amostras RVP10, sinterizadas entre 1150°C à 1300°C.



**Figura 4.55 -** Tonalidades das amostras RVP20, sinterizadas entre 1150°C à 1300°C.



**Figura 4.56 -** Tonalidades das amostras RVP30, sinterizadas entre 1150°C á 1300°C.



Figura 4.57 - Tonalidades das amostras RVTTV10, sinterizadas entre 1150°C à 1300°C.



Figura 4.58 - Tonalidades das amostras RVTTV20, sinterizadas entre 1150°C à 1300°C.



Figura 4.59 - Tonalidades das amostras RVTTV30, sinterizadas entre 1150ºC á 1300°C.

# Capítulo 5 - Conclusões

A análise dos resultados obtidos neste trabalho possibilita destacar as seguintes conclusões.

Os ensaios de caracterização mostraram que o resíduo de vidro plano (RVP) é constituído de sílica (SiO<sub>2</sub>), e também pelos óxidos de sódio (Na<sub>2</sub>O) e cálcio (CaO). O resíduo de vidro de TV (RVTTV) possui menor quantidade de óxidos alcalinos, mais possui alta concentração de óxido de chumbo.

 As propriedades técnicas dos corpos cerâmicos são influenciadas tanto pela temperatura de queima, quanto pela adição de ambos resíduos de vidros. O efeito do aumento da temperatura de queima é o de melhorar o comportamento de densificação das peças cerâmicas.

•Os resultados de retração linear das peças cerâmicas mostraram que a partir de 1200°C o efeito dos resíduos RVP e RVTTV a 30% tiveram menor retração, e o valor da maior retração foi a 1300°C com 20% de RVP e RVTTV, devido ao fenômeno de inchamento das peças cerâmicas. Para esta composição, a resistência mecânica foi influenciada pela porosidade e pela composição da fase vítrea.

Já no ensaio de Absorção de água (AA), nota-se a diminuição da absorção de água com a adição do resíduo, devido sua ação fundente. Na temperatura de 1300°C na composição de 30% de RVP e RVTTV, mostrou que são as mais apropriadas tendo valores de 0,46 e 0,47% adquirindo as propriedades da porcelana elétrica que deve possuir valor ≤ 0,5%.

 No ensaio de massa específica aparente (MEA), os resultados mostram que a adição do RVTTV teve maior densificação devido ao chumbo, mais o RVP também possui valores expressivos. Este mesmo comportamento foi observado no ensaio de Porosidade aparente (PA). Verifica-se ainda que em 1300 °C foram obtidos os menores valores de porosidade aparente.

 Os valores de resistividade elétrica das peças cerâmicas são relativamente altos. a resistividade elétrica das peças aumentou com a adição do resíduo de RVP e RVTTV em até 30% em peso, e com o aumento da temperatura de sinterização. •Os resultados mostraram que as fases cristalinas presentes nas peças cerâmicas sinterizadas são basicamente α-alumina, mullita e quartzo.

Finalmente, as condições mais apropriadas para produção de peças de porcelana elétrica aluminosa foram aquelas com incorporação de até 30 % em peso de ambos resíduos de vidros (RVP e RVTTV) e temperatura de queima de 1300°C. Os resultados indicaram que esses tipos de resíduos têm potencial para o mercado de cerâmica vermelha devido ao seu poder como material fundente.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados deste trabalho, algumas sugestões são apresentadas a seguir:

• Investigação das propriedades tecnológicas dos corpos cerâmicos a partir da adição de RVP e RVTTV em outras granulometrias.

• Testar novas formulações de porcelana elétrica aluminosa, utilizando-se outros tipos de resíduos sólidos poluentes.

# REFERÊNCIAS

Abajo, M. F. (2000). Manual Sobre Fabricación de Baldosas, Tejas y Ladrillos.Ed. BELRALMAR S.A. Espanha. 360p.

ABIVIDROS – Associação Técnica Brasileira das Indústrias Automáticas de Vidro. Disponível em: <a href="http://www.abividro.org.br/index.php/28">http://www.abividro.org.br/index.php/28</a>>. Acesso em: 20 de Maio de 2013.

ABRAVIDRO – Associação Brasileira de Distribuidores e Processadores de Vidros Planos. Disponível em: <a href="http://www.andiv.com.br/vidro\_comum.asp">http://www.andiv.com.br/vidro\_comum.asp</a>>. Acesso em: 20 de maio de 2013.

ABRAVIDRO – Associação Brasileira de Distribuidores e Processadores de Vidros Planos(2011). Disponível em:

<<u>http://www.andiv.com.br/fiquepordentro\_vbrasilhoje.asp</u>>. Acesso em: 20 de maio de 2013.

ABC - Associação Brasileira de Cerâmica. Informações técnicas. Disponível em: < http://www.abceram.org.br/asp/abc\_59.asp>. Acesso em: 26 de Março de 2013.

ABC - Associação Brasileira de Cerâmica. Informações técnicas. Disponível em: < http://www.abceram.org.br/asp/abc\_51.asp>>. Acesso em: 28 de Março de 2013.

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas (2004). Residuos Sólidos: Classificação. NBR 10.004, 2ª Ed.

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas, Determinação da análise granulométrica dos solos, NBR-7181-84, 1984.

ABNT NBR 15310:2005/Em.1:2009. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Componentes cerâmicos — Telhas — Terminologia, requisitos e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 2009.

Akerman, M.(2000) Natureza Estrutura e Propriedades do vidro, CETEV(Centro Técnico de Elaboração do vidro).

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

Alvarez, B. Lección 6. Ceramicas/Sacado, 2014.

Alves, O.L.(2001) Cadernos Temáticos-Química nova na escola. Edição especial.

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.

Bragança S.R.; BERGMANN C. P. (2004). Utilização de pó de vidro em uma massa industrial de cerâmica branca. *Anais do XVI CBECIMat.* Porto Alegre - RS.

Alvarez, B.Lección 6- Cerámicas/Secado. Disponível: http://www.etsimo. uniovi.es/usr/fblanco/leccion6. SECADO.pdf. Acesso em 19 abril 2014.

Bragança, S.R.; BERGMANN,C.P.(2004). Comparação das propriedades de uma porcelana que utiliza vidro como fudente em uma porcelana tradicional. Parte II. Análise de Fases e Propriedades Mecânicas. *Anais de 48° Congresso Brasileiro de Cerâmica.* Paraná – PR

Brown, M. E.; GALLAGER, P. K. (2003). Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry - Applications to Inorganic and Miscellaneous Materials. Vol. 2.

Callister, W. D. J. (1999). Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 5ª Ed., Rio de Janeiro, Ed.LTC.

Callister, W. D. Jr. (2007). Materials science and engineering: An introduction. Seventh Edition, United States of America, John Wiley & Sons.

Caldas, T.C.C, 2012 Recilagem de resíduo de vidro plano em cerâmica vermelha, Dissertação de Mestrado, UENF-PPGECM, Campos dos Goytacazes-RJ.

CONAMA – Conselho Nacional do Ambiente – Ministério do Meio Ambiente Resolução n°307, de 05 de Julho de 2002. Estabelecem diretrizes, critérios, procedimentos para a gestão de resíduos da construção civil. Brasília, 2002. Chinelatto, A. L., Souza, D.P.F. (2004 a). Porcelanas elétricas aluminosas: Parte I - Revisão da literatura. *Cerâmica*, v.50, Nº.313, 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, 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.

Chen, Y.F;WANG,M; HON, M.H.(2004) Phase transformation and growth of mullite in Kalin ceramics, Journal of the European Ceramic Society, 24(8) p. 2389-2397.

Elliott, S. (2009) Physics of Amorfus Materials. Longman, Sci&Tche.

Giacomini, F.Gino.Ecopropaganda, São Paulo-SP Senac, 2008.

Godinho, K. O. (2004) Incorporação de resíduos de vidro em cerâmica vermelha. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Campos dos Goytacazes - RJ.

GTACR- *Guia Técnico Ambiental da Cerâmica de Revestimento,* disponível em http://www.crq4.org.br/downloads/ceramica.pdf. Acesso em 06/03/2015.

Guggenheim, S; Martin, R,T.(1995), "Definition of Clay and Clay mineral: joint reporto of the AIPEA and CMS nomenclature committees", Clay Minerals, 30:257-259.

Guia do vidro-Disponível: http://www.guiadovidro.com.br/Noticia.aspx?id=103. Acesso em 18 de Maio de 2013.

Kulaif, Y.(2005) Caulim. IG/UNICAMP. http://www.dnpm.gov.br/portal/assents/ galeriadodocumento/balancomineral2001/caulim, psf www.wikipedia.com.br www.rc.unesp.br/museudpm

Lolli, L; NASSETTI, G; MARINO, L.F.B.(2000), A preparação a seco das massas cerâmicas. Cerâmica Industrial.5, (2): 23-27.

Lucena, L;F;L(2008) Utilização de resíduo vítreo para diminuir a susceptibilidade de Misturas asfálticas. 18° CBECiMat- *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, 24 a 28 novembro, Porto de Galinhas, PE, Brasil.

M.a. Silva, (2009). Estudo da influência da adição de resíduo de rocha ornamental nas propriedades e microestrutura de porcelana elétrica aluminosa, Dissertação de Mestrado, UENF-PPGECM, Campos dos Goytacazes-RJ.

Mamede, Filho, J.Manual de equipamentos elétricos.2. Ed. Rio de Janeiro: LTC-Livros Técnicos e Científicos, 1994. 456 p.v.2.

Mederios, Solon, Fundamentos de Medidas Elétricas, 2°edição, Rio de Janeiro: Editora Guanabara,1986,188-194p.

Menezes, R.R NEVES, G.A; H.C(2002 a). O estado da arte sobre o uso de resíduo como matérias primas alternativas, *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental.* 6(2):303-313.

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

Navarro, J. M. F. (1991). El Vidrio, CSIC (Consejo superior de Investigaciones Científicas) – Madrid, Spain.

Norton, F. H. (1973). Introdução à Tecnologia das Cerâmicas. Ed. da USP, São Paulo, SP. 325 p.

Paul, A. Chemystry of Glasses. Chapmam & Hall:1982.

Pereira FILHO, L. I.; COSIN, S.; VALERA, T. S.; TOFFOLI, S. M. (2002).Utilização de vidro em pó em cerâmica vermelha. *Anais do 46° Congresso Brasileiro de Cerâmica,* São Paulo, SP, p. 1187-1196.

Pereira FILHO, F.I., COSIN, S., TOFFOLI, S.M. (2002). Utilização de vidro em pó em cerâmica vermelha. Parte 2: Influência da Granulometria. *Congresso Brasileiro de engenharia e Ciência dos Materiais.* Natal – RN.

PRS-Portal Resíduos Sólidos, disponível em http://www.portalresiduossolidos

#### .com/oportal/

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.

Rocha, S. E. S.; Conseza, J. P.; Barroso, D. V. (2007). Considerações sobre a indústria do vidro plano no Brasil. BNDES Setorial, *Rio de Janeiro, n. 26, p. 101-138.* 

Rosso, J.*et al.* (2005) Características e Técnicas de poliemento de porcelanatos. Revista Cerâmica Industrial.10(4):11-14

Sampaio, V.G, Pinheiro B.C.A; Holanda J.N.F.(2007) Granulação a seco de uma massa cerâmica para grés porcelanato. Revista Cerâmica.53(327), São Paulo July/ Sept.

Santos, P.S.(1989). *Ciência e tecnologia das Argilas*.2°ed; São Paulo, Edgard blucher.v.01, 408 p.

Santos, W. J. (2009). Caracterização de vidros planos transparentes comerciais. Scientia Plena, VOL. 5, NUM. 2.

Setor Vidreiro, disponível em http://www.setorvidreiro.com.br/.

Setz, L.F.G; Munhoz, A.H; Zandonadi, A.R.(2001) "Reciclagem de resíduo sólido de "pó de vidro" em massa cerâmica vermelha- Utilização do método estatístico de Weibull na análise da resistência à flexão de corpos contendo teores diferentes de resíduo". Anais do 45° *Congresso Brasileiro de Cerâmica.* 

Silva, M.A, (1998) Estudo da influencia da adição de resíduo de rocha ornamental nas propriedades e microestrutura de porcelana elétrica aluminosa. Dissertação de mestrado, UENF-PPGECM, Campos dos Goytacazes-RJ, 2009.

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

Souza, G.P., Holanda, J.N.F., Densification behaviour of petroleum waste bearing clay-based ceramic bodies, *Ceramics International*, V. 30, N. 1, p. 99-104, 2005.

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

SMR, disponível em http:// http://www.smrrepresentacoes.com.br.

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

Tallini Junior, V. M. (2009). Desenvolvimento de novos materiais cerâmicos a partir de lodo de estações de tratamento de água, microesferas de vidro de jateamento, sais de neutralização de ácidos de bateria e areia de fundição. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná. Curitiba. 83p.

Van Vlack, L.H.(1973) *Propriedades dos materiais cerâmicos*; tradução Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo, Edgard Blucher, Ed. Da Universidade de São Paulo. 318p.

Vieira, C.M.(2003). Avaliação de secagem da cerâmica vermelha pela curva de Bigot. *Revista Cerâmica Industrial*. V8.N1.P.42-46.

Y. Iqbal, W. E. Lee, J. Am. Ceram. Soc. 83, 12 (2000) 3121-3127.

Youssef, N. F; ABADIR, M. F; SHATER, M. A. O. (1998). Utilization of soda glass (cullet) in the manufacture of wall and floor tiles. *Journal of the European Ceramic Society*, v.18, n.12, p.1721-1727.

Yuruyen S; Ozkan Toplan, H.(2009) The sintering kinetics of porcelain bodies made from wast glass and fly ash. Ceramics Internacional 35.