

Influência da temperatura de queima na microestrutura de argilas de Campos dos Goytacazes-RJ

(Influence of the firing temperature on the microstructure of clays from Campos dos Goytacazes-RJ)

C. M. F. Vieira, S. N. Monteiro

Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF

Laboratório de Materiais Avançados - LAMAV

Av. Alberto Lamego, 2000, Campos dos Goytacazes, RJ, 28015-620

vieira@uenf.br

Resumo

Este trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de queima na microestrutura de duas argilas típicas da região de Campos dos Goytacazes-RJ utilizadas para fabricação de produtos cerâmica vermelha como blocos de vedação e telhas. Para isso, foram preparados corpos-de-prova por prensagem uniaxial a 20 MPa para queima nas temperaturas de 950, 1100 e 1250 °C. A composição de fases das argilas antes e após queima foram identificadas por técnica de difração de raios X. Já a textura e microestrutura das argilas após queima foram avaliadas via microscopia eletrônica de varredura. Os resultados indicaram que as argilas estudadas apresentaram importantes mudanças microestruturais em virtude da diferente composição mineralógica e efeito das temperaturas de queima.

Palavras-chave: argilas, microestrutura, temperatura.

Abstract

The present work had as objective to study the effect of the firing temperature on the microstructure of two typical clays from the Campos dos Goytacazes region. These clays are used in the fabrication of red ceramics such as bricks and roofing tiles. Clay specimens were prepared through 20 MPa uniaxial pressing operation. The specimens were then fired at 950 °C, 1100 °C and 1250 °C. The phase composition of the clays was identified, before and after firing, by X-ray diffraction. The texture and the microstructure of each clay were evaluated by scanning electron microscopy. The results indicate that the clays show important microstructural changes due to the different mineralogical composition and the proper effect of firing temperatures.

Keywords: clays, microstructure, temperature.

INTRODUÇÃO

As argilas são rochas constituídas por minerais plásticos e minerais não plásticos [1-4]. Durante a queima, estes minerais sofrem importantes transformações de caráter físico e químico. Além disso, podem ocorrer interações entre os diversos minerais constituintes das argilas os quais são também fortemente influenciados pelas condições de queima como atmosfera do forno, temperatura máxima e taxa de aquecimento/resfriamento. Nos minerais plásticos destacam-se reações de perda de água de constituição e transformações de fases. Da parte dos minerais não plásticos podem ocorrer decomposição de hidróxidos, oxidação de matéria orgânica,

transformação alotrópica do quartzo, decomposição de carbonatos, transformações de fases, redução de compostos e formação de fase líquida, dentre outras [4-7]. Com base no que foi exposto, percebe-se que a queima de argilas pode ser uma etapa bastante complexa que envolve diversas transformações. O conhecimento destas transformações é de grande interesse tecnológico já que, após a queima, os produtos devem apresentar uma microestrutura compatível com as propriedades finais desejadas.

Neste contexto, este trabalho teve por objetivo estudar o efeito da temperatura de queima na microestrutura, nas fases formadas e na porosidade, de duas argilas da região de Campos dos Goytacazes-RJ utilizadas para fabricação de cerâmica

vermelha. Como a porosidade e as fases formadas após queima relacionam-se diretamente com as propriedades tecnológicas como resistência mecânica e absorção de água, dentre outras, tal conhecimento é de grande interesse prático para auxiliar na utilização das matérias-primas como componentes da massa cerâmica.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para realização deste trabalho foram utilizadas duas argilas da região de Campos dos Goytacazes denominadas de argila plástica e argila siltosa. Granulometricamente, a argila plástica é constituída por 57% em peso de partículas < 2 μm . Já a argila siltosa apresenta 22% das partículas com tamanho inferior a 2 μm [8]. Esta fração granulométrica relaciona-se com os minerais argilosos e por sua vez com importantes propriedades como plasticidade, resistência mecânica e retração linear.

Inicialmente, amostras dos dois tipos de matérias-primas foram coletadas em diferentes pontos de uma jazida da região. Em seguida, partes iguais do mesmo tipo de matéria-prima foram homogeneizadas de forma que fossem obtidas amostras bastante representativas [8]. Após quarteamento, as amostras foram secas em estufa a 110 °C, desagregadas com pilão manual e peneiradas em 40 mesh (425 μm). Foram preparados corpos-de-prova retangulares (11,43 x 2,54 x 0,8 cm) em matriz de aço a uma pressão de compactação de 20 MPa. As amostras foram queimadas em forno elétrico de laboratório nas temperaturas de 950, 1100 e 1250 °C com taxa de aquecimento de 10 °C /min, tempo de patamar de 1 hora e resfriamento realizado por convecção natural, desligando-se o forno.

Os ensaios de difração de raios X (DRX) foram realizados em amostras tanto na forma de pó quanto na forma de barras seccionadas com disco de diamante. Utilizou-se um difratômetro marca SHEIFERT, modelo URD 65, operando com radiação de $\text{Cu-K}\alpha$, com 2θ variando de 5° a 65°.

Para os ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV), foram utilizadas amostras obtidas por corte retangular nos corpos-de-prova com disco de diamante. Estas amostras foram submetidas a um lixamento em granulometrias de 400, 600 e 1200 mesh e polimento com pasta de diamante com granulometria de 1 μm . Após esta etapa, as amostras foram montadas em suportes adequados e metalizadas com ouro. Utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura marca ZEISS, modelo DSM 962.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com as Figs. 1 e 2 observa-se que as duas argilas investigadas apresentam composição mineralógica similar com a presença de picos de difração da caulinita, quartzo, mica, gibsitita, goetita e rutilo. A argila plástica apresenta picos de difração predominantes da caulinita, enquanto que a argila siltosa apresenta um pico de difração predominante do quartzo. Isto indica que na argila siltosa há uma presença mais significativa do quartzo.

A presença de gibsitita em ambas as argilas indica que nem toda a alumina (Al_2O_3) esteja na estrutura dos argilominerais. A gibsitita é um mineral que contribui para aumentar a perda ao fogo e refratariedade das argilas.

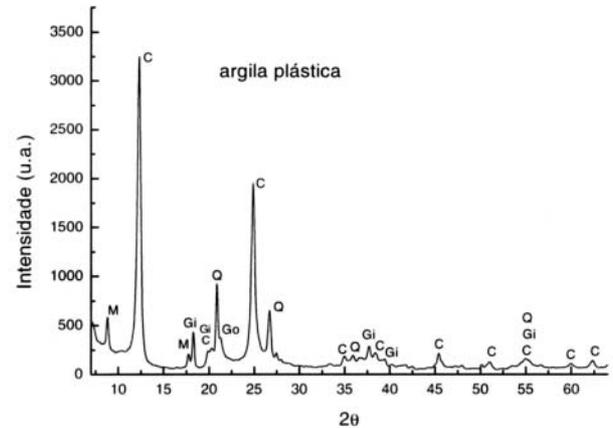


Figura 1: Difratograma de raios X da argila plástica. [Figure 1: X-ray diffraction pattern of plastic clay.]

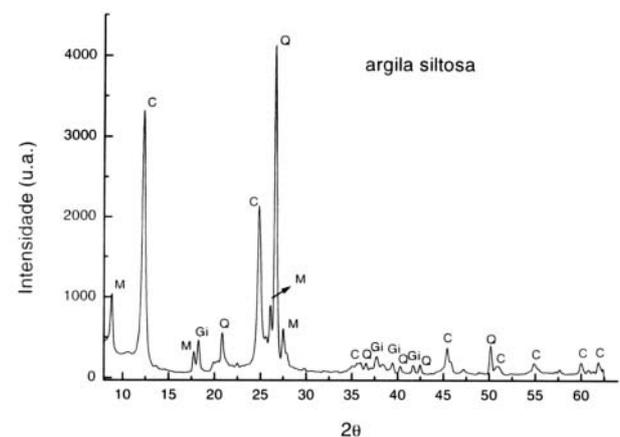


Figura 2: Difratograma de raios X da argila siltosa. [Figure 2: X-ray diffraction pattern of silty clay.]

Na Fig. 3 são apresentadas as micrografias das amostras da argila plástica e argila siltosa queimadas a 950 °C. Observa-se que a argila plástica apresenta uma textura relativamente grosseira e uma microestrutura porosa com grãos de quartzo, de até 60 μm de tamanho, separados da matriz, conforme mostra a seta. Para a argila siltosa, observa-se uma textura ainda mais grosseira e uma microestrutura mais porosa com grãos de quartzo maiores, de até 160 μm de tamanho, conforme mostra a seta.

Na Fig. 4 são apresentadas as micrografias das amostras da argila plástica e argila siltosa queimadas a 1100 °C. Nesta temperatura, já se observa para a argila plástica uma microestrutura menos porosa, ainda que com grãos de quartzo separados da matriz, conforme mostram as setas. Já a argila siltosa apresenta pouca alteração na textura e porosidade da amostra queimada a 1100 °C em relação à amostra queimada

na temperatura de 950 °C.

Na Fig. 5 são apresentadas as micrografias das amostras da argila plástica e argila siltosa queimadas a 1250 °C. Observa-se para a argila plástica uma textura fina com microestrutura densa e presença de poros isolados. Já a argila siltosa apresenta uma textura mais fina em relação às micrografias anteriores, porém ainda com uma microestrutura porosa.

Na Fig. 6 são apresentados os difratogramas de raios X das amostras de argila plástica e argila siltosa queimadas nas temperaturas de 950 °C, 1100 °C e 1250 °C. Pode-se observar que, para amostras queimadas a 950 °C, ambas argilas apresentam como fases cristalinas o quartzo, mica e a hematita. Como picos de difração de raios X da hematita (Fe_2O_3) não foram observados nas Figs. 1 e 2, há uma forte evidência que a hematita identificada pode ser proveniente de hidróxidos de

ferro como goetita (identificado traços nas Figs. 1 e 2) e outros hidróxidos de ferro amorfos e portanto não identificável em raios X como a limonita.

Para amostras queimadas a 1100 °C, já se observa pelos difratogramas de raios X, a presença de mulita e diminuição na intensidade dos picos de difração do quartzo e da mica. A mulita é uma fase desejável que confere elevada resistência mecânica ao material cerâmico. A diminuição da intensidade dos picos de difração do quartzo, indica que ocorreu sua dissolução na fase líquida formada. Por outro lado, a diminuição dos picos de difração da mica é devida à formação de fase líquida.

Nas amostras queimadas a 1250 °C, observa-se uma presença mais significativa da mulita e diminuição ainda maior da intensidade dos picos de difração do quartzo. Além disso,

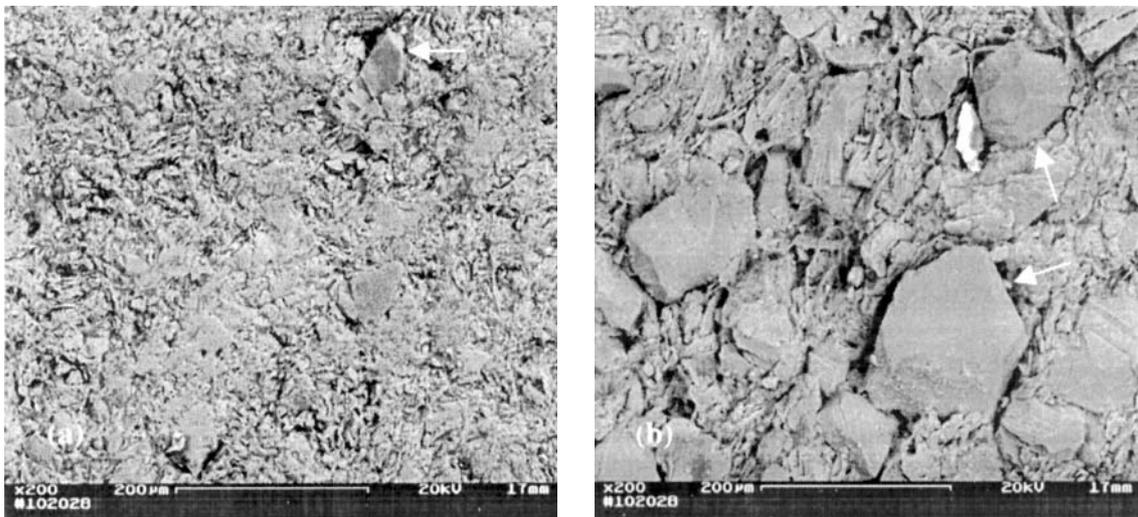


Figura 3: Microestruturas das argilas plástica (a) e siltosa (b) queimadas a 950 °C.
[Figure 3: Microstructural patterns of plastic clay (a) and silty clay (b) burnt at 950 °C.]

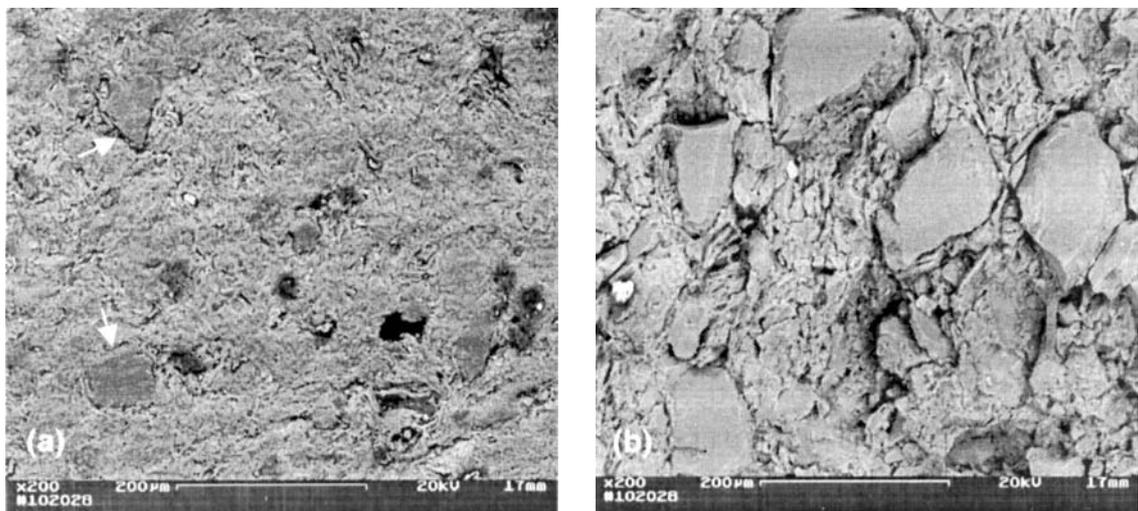


Figura 4: Microestruturas das argilas plástica (a) e siltosa (b) queimadas a 1100 °C.
[Figure 4: Microstructural patterns of plastic clay (a) and silty clay (b) burnt at 1100 °C.]

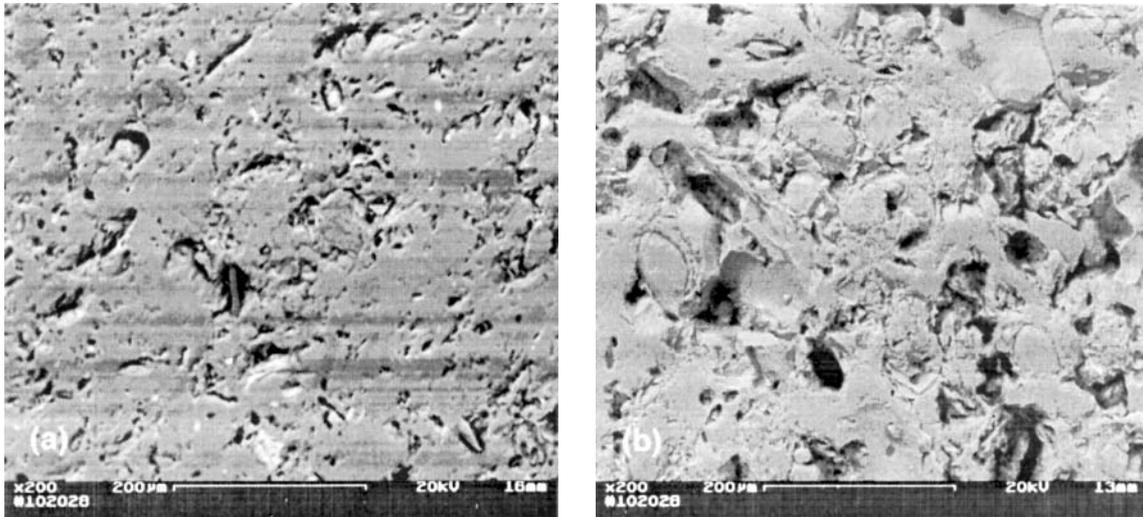
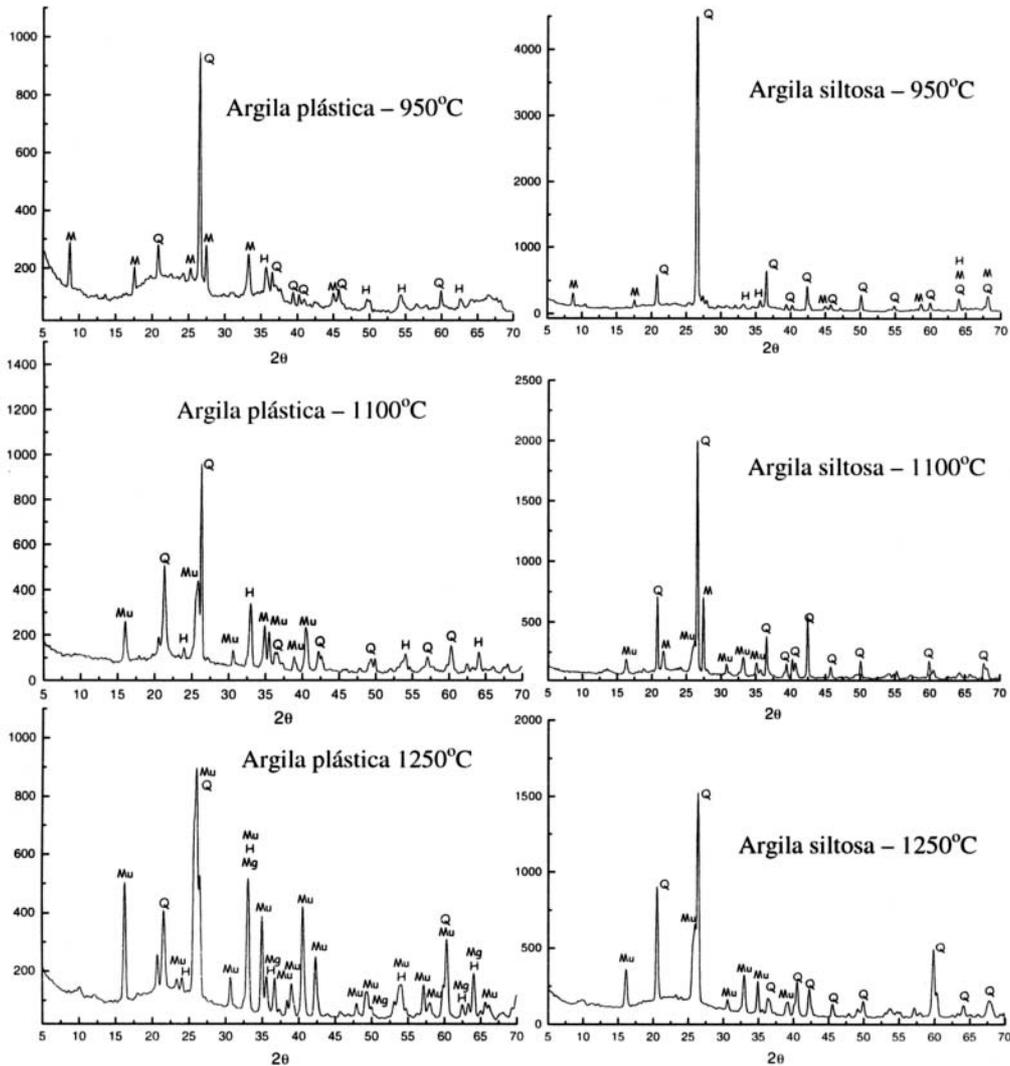


Figura 5: Microestruturas das argilas plástica (a) e siltosa (b) queimadas a 1250 °C.
 [Figure 5: Microstructural patterns of plastic clay (a) and silty clay (b) burnt at 1250 °C.]



M - Mica, H - Hemalita, Mu - Mulita, Mg - Magnetita e Q - Quartzo

Figura 6: Difractogramas de raios X da argila plástica e argila siltosa queimadas a 950, 1100 e 1250 °C.
 [Figure 6: X-ray diffraction patterns of plastic clay and silty clay burnt at 950, 1100 e 1250 °C.]

na argila plástica foram identificados picos de difração da magnetita e hematita. Isto indica que nesta temperatura ocorreu uma redução parcial da hematita que favorece o escurecimento das amostras e libera O₂.

CONCLUSÕES

Os resultados indicaram que as argilas analisadas, denominadas de plástica e siltosa, possuem predominância do mineral argiloso caulinita. A argila siltosa apresenta picos de difração mais intensos de quartzo e mica que a argila plástica. Foram ainda observadas, para ambas as argilas, a presença de hidróxidos de alumínio e ferro nas formas de gibsite e goetita e traços de rutilo.

Em virtude do elevado percentual de quartzo, a argila siltosa apresentou uma textura mais grosseira e microestrutura mais porosa em relação à argila plástica em todas as temperaturas de queima analisadas.

As argilas apresentaram após queima a 950 °C as seguintes fases cristalinas: quartzo, mica e hematita. Após temperatura de queima de 1100 °C, ambas as argilas apresentaram uma diminuição na intensidade dos picos de difração do quartzo, devido a uma parcial dissolução na fase líquida formada, e o aparecimento de mulita. Na argila siltosa após queima tanto a 1100 °C quanto à 1250 °C, as fases cristalinas identificadas foram a mulita e quartzo. O desaparecimento da hematita

sugere sua dissolução na fase líquida ou formação de solução sólida na mulita. Já a argila plástica apresentou após queima a 1100 °C as seguintes fases cristalinas: mulita, quartzo e hematita. Esta última, por sua vez, reduziu-se à magnetita quando a temperatura de queima foi de 1250 °C.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPERJ, processo nº E-26/151.544/2001, pelo auxílio para realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- [1] A. P. N. Oliveira, O. R. K. Montedo, J. Pizete, M. Casagrande, *Cerâmica Informação* 10 (2000) 57.
- [2] P. S. Santos, *Ciência e Tecnologia das Argilas*, 2ª edição, Edgard Blucher Editora Ltda., S. Paulo (1989) p. 408.
- [3] A. G. Verduch, *Técnica Cerâmica* **232** (1995) 214 -228.
- [4] E. Facincani, *Tecnologia Cerâmica – los Ladrillos*, Faenza Editrice Iberica S. L. Editora, Barcelona (1993) p. 263.
- [5] G. W. Brindley, *Cerâmica* **24**, 102 (1978) 217.
- [6] W. D. Johns, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **44**, 9 (1965) 682.
- [7] F. M. Wahl, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **44**, 9 (1965) 676.
- [8] C. M. F. Vieira, S. N. Monteiro, J. Duailibi Filho, *Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, S.C., (2001) 206-301.*
(*Rec. 29/04/02, Ac. 18/10/02*)