

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL, TÉRMICA E MECÂNICA DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS COM A INCORPORAÇÃO DE RESÍDUOS PROVENIENTES DE INDÚSTRIAS CERÂMICAS

Carmeane Effting, Profa. Dra. ⁽¹⁾

Saulo Güths, Prof. Dr. ⁽²⁾

Orestes Estevam Alarcon, Prof. Dr. ⁽³⁾

Marilena Valadares Folgueras, Profa. Dra. ⁽⁴⁾

INTRODUÇÃO

Resumo. Em locais onde normalmente as pessoas encontram-se descalças, sob um piso aquecido ou resfriado, tem-se observado que a sensação térmica depende das condições ambientais locais e das propriedades do material, incluindo sua microestrutura e rugosidade superficial. A introdução de uma rugosidade no piso interfere na temperatura de contato e também pode ser uma estratégia na busca de pisos mais confortáveis. Materiais com baixa condutividade e densidade podem ser obtidos pela inclusão de poros decorrentes das condições de processamento empregadas. Entretanto, a presença de poros implica em diminuição da resistência mecânica. Neste contexto, o objetivo principal deste trabalho foi correlacionar a microestrutura das placas cerâmicas com as suas propriedades térmicas e mecânicas. Os revestimentos cerâmicos não-esmaltados foram obtidos através da incorporação do resíduo do polimento de porcelanato à massa atomizada industrialmente e variando-se a temperatura de processamento. As matérias-primas e as placas cerâmicas obtidas foram avaliadas por análise química, microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise semi-quantitativa (EDS), análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (ATD). A medição das propriedades térmicas (efusividade e condutividade), mecânicas (resistência mecânica) e físicas (porosidade também foram avaliadas). Os resultados mostram que à medida que a porosidade e a rugosidade aumentam, há sensível melhora no conforto por contato.

Palavras-chave: Revestimentos cerâmicos, Microestrutura, Propriedades térmicas e mecânicas.

Os revestimentos cerâmicos de pavimentos são largamente utilizados em edificações. Eles possuem funções técnicas e estéticas. Entretanto a função técnica dos revestimentos cerâmicos como a radiação solar se torna muito importante em edificações com ocupação humana onde o conforto térmico é requerido. O corpo humano pode ser considerado como uma “máquina térmica” que gera uma quantidade de calor que pode variar de 1 000W a 1 000W, dependendo da atividade desempenhada. Essa quantidade de energia precisa ser dissipada para poder manter a temperatura interna do corpo constante (considerada normal entre 35 a 37°C). Os mecanismos termoreguladores são responsáveis por essa tarefa. São diversos os elementos que contribuem para a sensação de conforto e eles são caracterizados pela intensidade das respostas fisiológicas e psicológicas do indivíduo ao meio ambiente que o cerca (XAVIER, 2000). As principais variáveis ambientais são: a temperatura do ar, a umidade relativa, a velocidade do vento e o campo de radiação (FANGER, 1970; ASHRAE, 1997). Entretanto, podemos estar sujeitos a algum desconforto localizado, como por exemplo, o contato dos pés com um piso que está aquecido ou resfriado. Em estudos realizados, referentes à resposta das pessoas com relação à temperatura do piso, tem-se observado que, quando as pessoas encontram-se calçadas, normalmente o material de acabamento do piso não é importante, porém em locais onde as pessoas encontram-se descalças, esse item torna-se significativo. O desconforto pode ser por calor em pisos de ambientes externos expostos à radiação solar (áreas de piscinas, terraços) ou desconforto por frio em ambientes internos (quartos e banheiros). A sensação térmica está relacionada com a temperatura

(1) Instituto Superior Tupy (carmeane.effting@sociesc.org.br)

(2) Universidade Federal de Santa Catarina: Departamento de Engenharia Mecânica - Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (saulo@Impt.ufsc.br)

(3) Universidade Federal de Santa Catarina: Departamento de Engenharia Mecânica - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais (orestes@emc.ufsc.br)

(4) Universidade do Estado de Santa Catarina (dem2mvf@joinville.udesc.br)

de interface entre a sola do pé em contato com o pavimento. A temperatura de contato pode ser correlacionada pela rugosidade e por uma propriedade chamada efusividade térmica que depende da condutividade e da densidade do material. Quanto menor é a efusividade térmica mais confortável é o revestimento cerâmico. Materiais com baixa condutividade e baixa densidade podem ser obtidos pela inclusão de poros. Pode-se considerar como regra geral que a condutividade térmica de materiais porosos diminui com o aumento da porosidade (RHEE, 1975). Neste trabalho, as placas cerâmicas porosas foram obtidas pela compactação (30 MPa) de massa atomizada industrialmente com a incorporação de frações mássicas de 20% de matéria-prima refratária (resíduo proveniente do processo do polimento do porcelanato) e pela variação da temperatura de queima.

1 MATERIAIS E MÉTODOS

O pó atomizado e o resíduo do polimento do porcelanato utilizado neste trabalho foram fornecidos pela empresa GYOTOKU, localizada em Suzano-SP. O resíduo do polimento, que pode ser considerado um material refratário, é proveniente do polimento realizado no porcelanato. Este resíduo foi processado em laboratório, através de secagem a 110°C por 24 horas, seguido de processo de desaglomeração utilizando peneira malha 200 mesh ABNT. Estas duas matérias-primas foram caracterizadas quanto à morfologia das partículas, através de microscopia, e quanto a sua composição química e mineralógica através do uso de fluorescência de raios X e difratometria de raios X. O comportamento térmico foi avaliado através dos ensaios de análise térmica diferencial. O efeito de interação entre as duas matérias-primas foi avaliado através da combinação destas na proporção de 20% de resíduo e 80% de pó

atomizado. As placas cerâmicas porosas foram obtidas pela compactação de massa atomizada industrialmente com a incorporação de frações mássicas de 20% de matéria-prima refratária (resíduo do polimento do porcelanato). Para comparação foram obtidas placas utilizando apenas o pó atomizado e placas contendo apenas o resíduo de polimento. A mistura de massa atomizada com resíduo foi realizada em um moinho tipo Y, posteriormente seca em estufa à 110°C por 24 h e preparada com uma umidade de 7% em peso. Em seguida, a mistura foi compactada a 30 MPa em placas com dimensões nominais de 58x126x10mm. Após a compactação, as placas cerâmicas foram levadas à estufa a 110°C por 24h, e em seguida sinterizadas em um forno mufla com temperatura de sinterização de 950°C, 1000°C, 1100°C, 1170°C, 1200°C e 1250°C (patamar de 3 min e taxa de aquecimento e resfriamento de 10°C/min). O efeito do processo de aquecimento foi avaliado através da difratometria de raios X, para identificação das fases formadas; através da determinação da retração linear e da condutividade térmica do material sinterizado para avaliação do efeito de conforto térmico. Para cada medição foram considerados resultados de cinco amostras. Além disso, a porosidade das placas cerâmicas foram calculadas a partir da densidade aparente ρ_a dos corpos-de-prova (dimensões e peso das amostras) e da densidade real ρ_r (picnometria de hélio), sendo obtida pela equação:

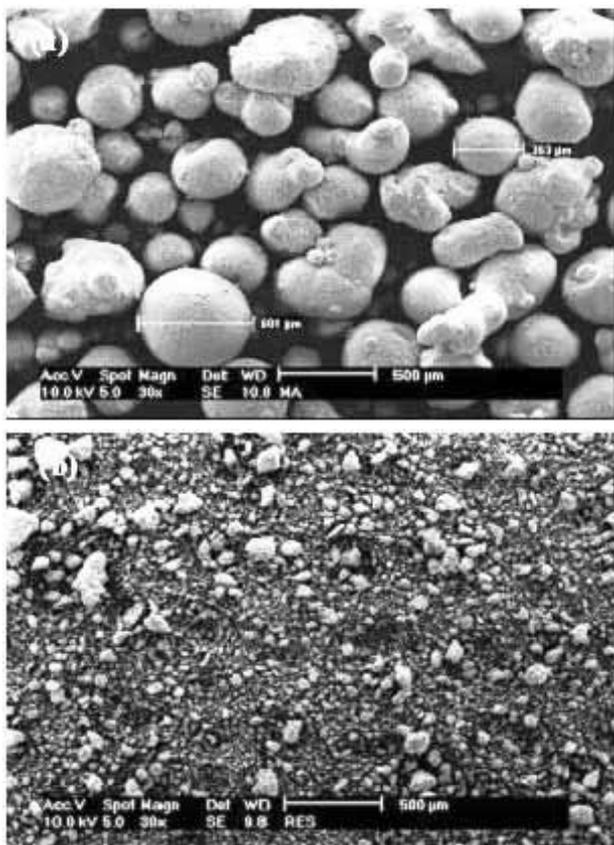
$$P = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_r}$$

(1)

2 RESULTADOS E DISCUSSÃO

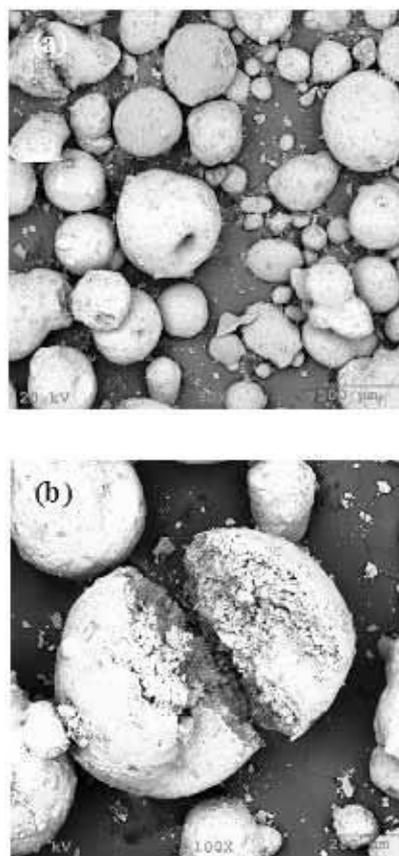
2.1 CARACTERIZAÇÃO DA MORFOLOGIA E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS MATÉRIAS-PRIMAS

A morfologia dos grânulos da massa cerâmica é característica típica de materiais processados por atomização. Apresentam aglomerados com morfologia esférica (Figura 1 (a)). Por sua vez, o resíduo proveniente do polimento apresenta-se como partículas com formato variado (Figura 1 (b)), com tendência angular, sendo que as dimensões das partículas que os compõem são significativamente inferiores aos aglomerados da massa cerâmica (Figura 2 (a)). A Figura 2 (b) apresenta a microestrutura após a compactação de 30 MPa e sinterização a 1100°C, na qual pode ser verificado que o material é constituído por regiões segregadas onde está concentrado o resíduo imerso em uma matriz que tem como base a massa cerâmica.



Algumas partículas atomizadas têm uma cavidade

central (Figura 3a), o que é característico do processo de atomização, e em alguns casos pode ser considerado um defeito. Estes aglomerados durante o manuseio são rompidos (Figura 3 b), o que mostra que apresentam resistência mecânica adequada para serem utilizados em processo de compactação onde devem promover a melhor distribuição da massa cerâmica na matriz pelo escoamento do aglomerado e rompimento dos mesmos, explicando a boa distribuição da massa cerâmica na matriz compactada (Figura 2b). Os aglomerados da massa atomizada quando misturados com as partículas de resíduo, resultam em uma formação onde o resíduo é acomodado nos espaços vazios formados entre os aglomerados (Figura 2 (a)). Durante o processo de compactação, estes aglomerados são eliminados gerando uma microestrutura compacta e contínua. Após a sinterização (Figura 2(b)), observou-se a presença de regiões com maior concentração de resíduo circundadas por massa cerâmica (segregação).



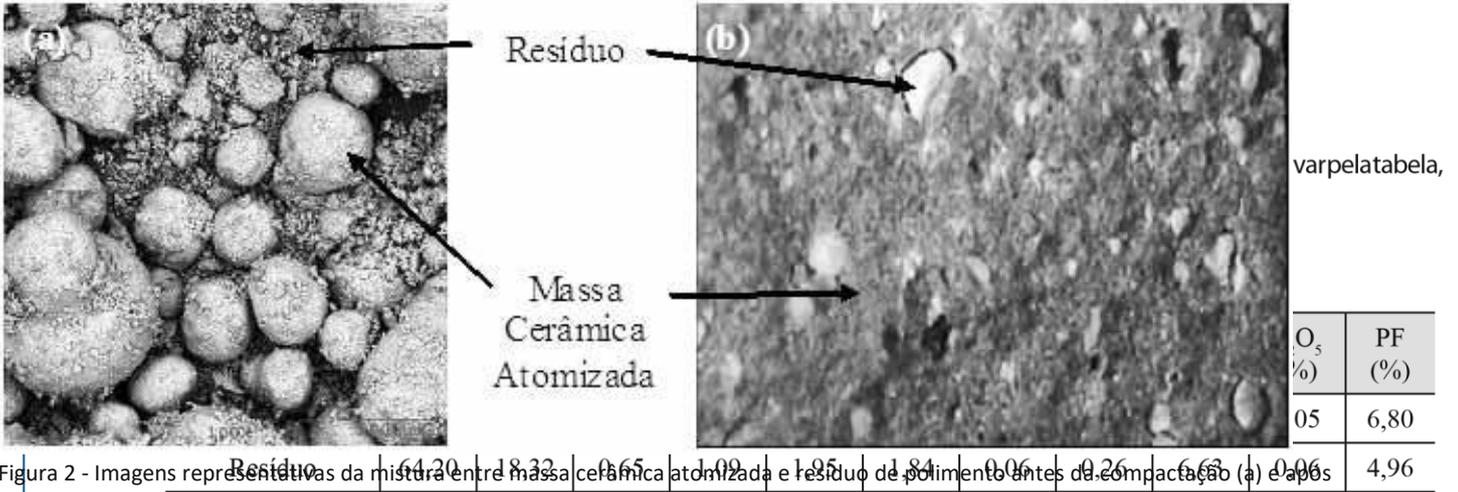


Figura 2 - Imagens representativas da mistura entre massa cerâmica atomizada e resíduo de polimento antes da compactação (a) e após compactação e queima a 1100°C (b)

que os óxidos constituintes são típicos de corpos cerâmicos empregados para a manufatura de pisos cerâmicos.

2-2 TRANSFORMAÇÕES DE FASE DURANTE A QUEIMA

Para a massa atomizada a perda de massa (Figura 4 (a)) está associada à decomposição da matéria orgânica, entre 300 e 500°C e a decomposição dos argilominerais entre 500 e 800°C, enquanto que para o resíduo do polimento a perda de massa a temperaturas inferiores a 200°C está associada à eliminação da água livre. Entre as temperaturas de 200 e 500°C ocorreu a oxidação da matéria orgânica. Da curva de análise térmica diferencial (Figura 4 (b)), destaca-se que na presença do resíduo de polimento, existe um evento exotérmico em temperatura superior a 1100°C. Apesar deste não ser associado à perda de massa, este comportamento pode ser relacionado à formação de fases específicas, e seu efeito tem influência não só quando se trabalha com o resíduo individualmente, mas também quando da combinação entre o resíduo e a massa atomizada. Entre 1150°C e 1250°C podem ser observados picos endo e exotérmicos, talvez relacionados à dissociação do carbeto de silício, formando sílica e gás carbônico. Podemos observar também, na curva de análise térmica diferencial com relação à massa atomizada, um pico exotérmico a aproximadamente 980°C. Este é um pico característico das argilas caulínicas que apresentam a formação de mulita nesta temperatura (DUTRA; PONTES, 2002).

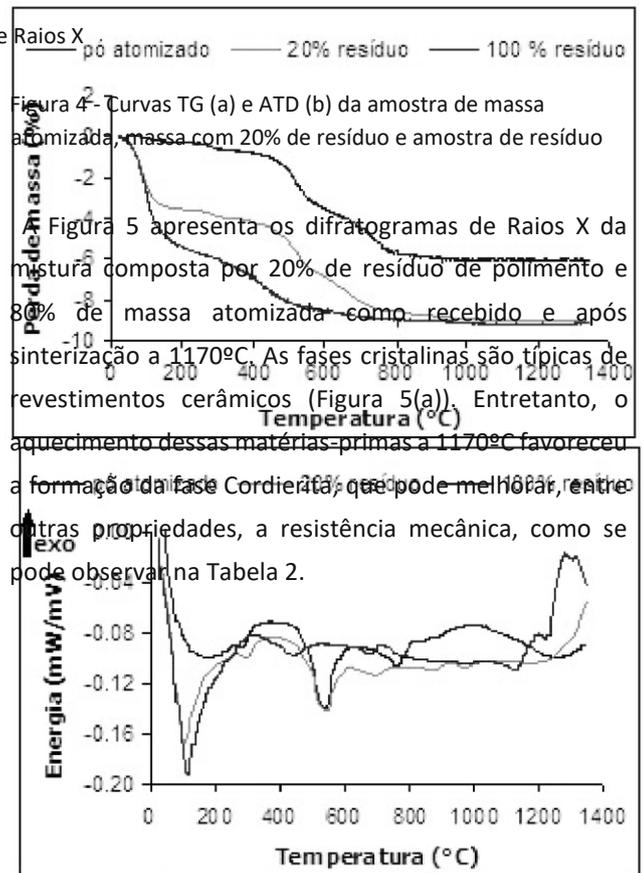
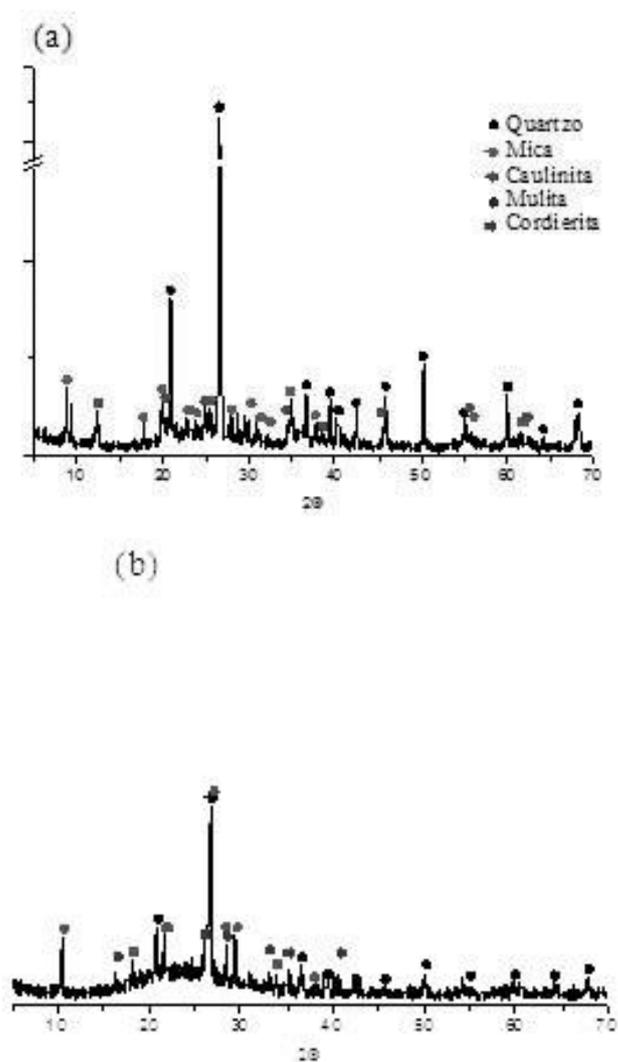


Figura 4- Curvas TG (a) e ATD (b) da amostra de massa atomizada, massa com 20% de resíduo e amostra de resíduo. Figura 5 apresenta os difratogramas de Raios X da mistura composta por 20% de resíduo de polimento e 80% de massa atomizada como recebido e após sinterização a 1170°C. As fases cristalinas são típicas de revestimentos cerâmicos (Figura 5(a)). Entretanto, o aquecimento dessas matérias-primas a 1170°C favoreceu a formação da fase Cordierita, que pode melhorar, entre outras propriedades, a resistência mecânica, como se pode observar na Tabela 2.



2.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS PLACAS CERÂMICAS

O efeito da temperatura de aquecimento sobre o processo de sinterização é visualmente verificado nas imagens apresentadas na Figura 6, na qual são apresentadas as amostras sem a introdução de resíduo e com 20% de resíduo, compactadas a 30MPa e sinterizadas em temperaturas entre 950 e 1250°C.

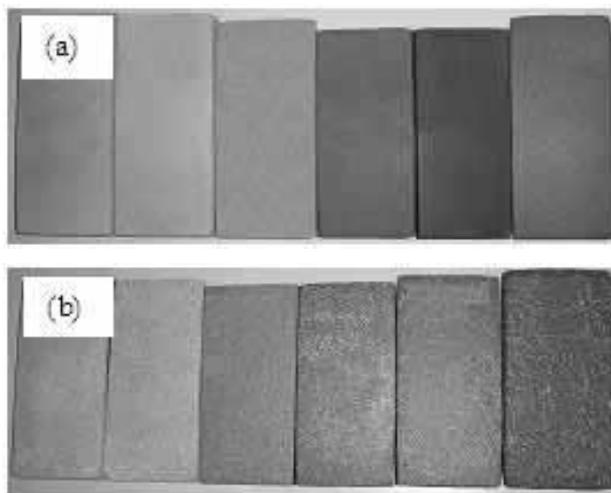


Figura 6 - Substratos cerâmicos sinterizados nas temperaturas de 950°C, 1000°C, 1100°C, 1170°C, 1200°C e 1250°C da (a) massa atomizada (b) massa atomizada com a incorporação de 20% de resíduo

Figura 5 - Difratogramas de Raios X da mistura composta por 20% de A Figura 7 mostra a microestrutura das amostras ceresíduo de polimento e 80% de massa atomizada (a) como recebido e râmicas com 20% de resíduo e queimadas em 1100°C, 1170°C, (b) após sinterização a 1170°C 1200°C e 1250°C. Pode-se observar que, além da porosidade normal usualmente observada em típicos revestimentos ce-

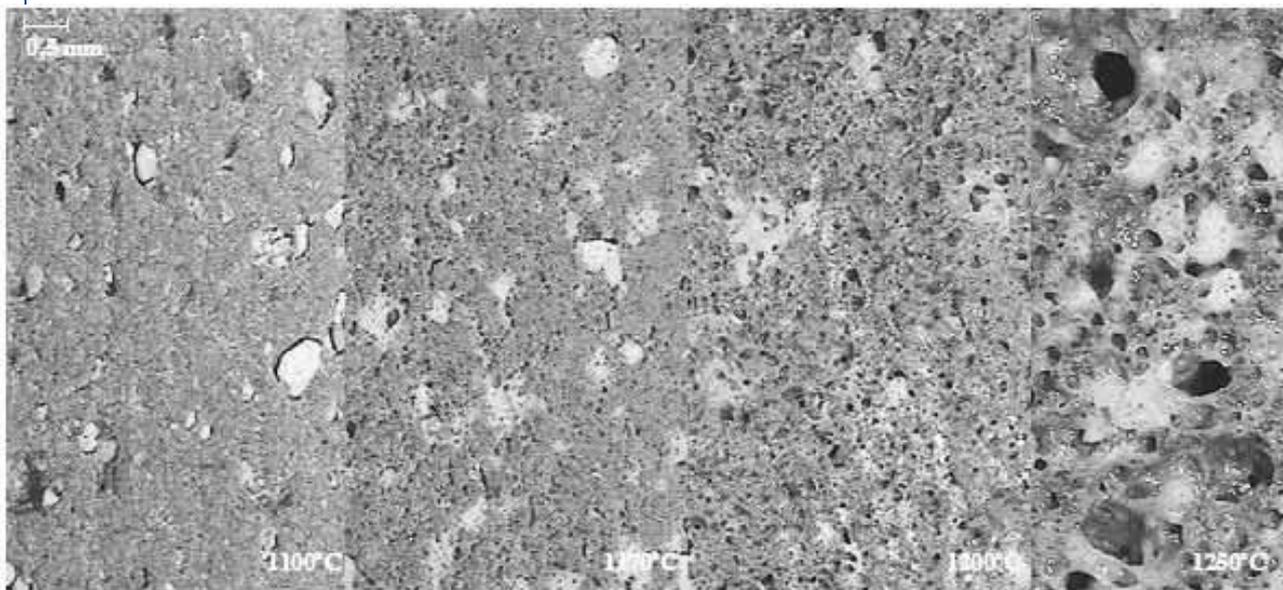


Figura 7

râmicos, há também a porosidade proveniente do resíduo do polimento de porcelanato. Pode-se visualizar o aumento da quantidade e tamanho de poros na medida em que a temperatura é aumentada. A 1100°C, as partículas de resíduo aparecem destacadas da matriz de massa atomizada. A partir da temperatura de 1170°C podemos observar que houve o processo de sinterização promovendo a ligação das partículas. Já em 1250°C, houve uma expansão do substrato cerâmico, portanto maior porosidade.

Já através da imagem da Figura 8 obtida por microscópio óptico podemos observar a matriz cerâmica constituída apenas pelo resíduo submetido à queima em 1250°C. Em relação à porosidade, pode-se afirmar que os poros são

predominantemente fechados e arredondados, o que pode explicar a boa resistência mecânica do produto, apesar de sua baixa densidade.

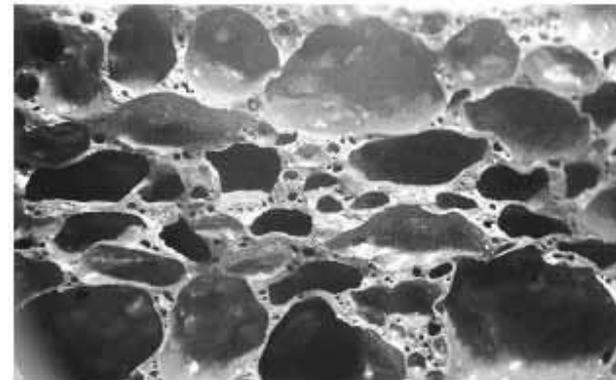


Figura 8

2.4 CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA, FÍSICA E MECÂNICA DAS PLACAS CERÂMICAS

AT abela 2 apresenta os valores médios dos resultados das propriedades térmicas, mecânicas e físicas medidas para cada cinco placas cerâmicas compactadas à 30MPa sem resíduo (A), com a incorporação de 20% de resíduo (B) e amostras com 100% de resíduo (C) e variando-se a temperatura de queima em 950, 1000, 1100, 1170, 1200 e 1250°C. A introdução da porosidade nas placas cerâmicas é um dos fatores responsáveis pela diminuição da resistência mecânica e baixa efusividade térmica que está diretamente correlacionado com a condutividade térmica e massa específica aparente. Sob o ponto de vista térmico quanto menor é a efusividade mais confortável será a placa cerâmica.

CONCLUSÃO

Combinando-se adequadamente as matérias-primas e variando-se a temperatura de queima das amostras com a incorporação de 20% de resíduo, é possível obter cerâmicas porosas com propriedades térmicas e mecânicas favoráveis à sua aplicação.

Para as amostras sem e com 20 e 100% de resíduo de polimento foram variadas as temperaturas de queima entre 950 e 1250°C. As placas obtidas sem resíduo podem ser utilizadas como revestimentos cerâmicos semi-grês (BIIa) de acordo com as

normas NBR 13818 (1997) e ISO 13006 (1995), pois apresentaram resistência à flexão de $24,7 \pm 0,3$, $38,7 \pm 0,7$, $45,2 \pm 2,4$, respectivamente, para as temperaturas de queima de 1100, 1170 e 1200 °C. Já as placas obtidas a 1250°C apresentaram resistência à flexão de $21,9 \pm 0,8$ MPa sendo classificadas como revestimentos cerâmicos semi-porosos (BIIb). As amostras com 20% de resíduo e temperatura de queima igual a 1100°C apresentaram resistência à flexão de $26,3 \pm 2,2$ MPa (≥ 22 MPa), mesmo com a geração de porosidade, sendo classificadas como revestimentos cerâmicos semi-grês (BIIa). Já para as amostras com 20% de resíduo e temperatura de queima igual a 1170°C, a resistência à flexão foi igual a $21,5 \pm 1,4$ MPa, classificando essas placas como revestimentos cerâmicos semi-porosos (BIIb).

Com relação às amostras com 100% de resíduo de polimento de porcelanato e com temperatura de queima igual a 1100°C, foi comprovado que o módulo de ruptura à flexão é de $23,8 \pm 1,7$ MPa, evidenciando a importância desse trabalho em avaliar o comportamento dessas massas sem e com a incorporação de resíduos antes e depois dos processos de prensagem e queima, e orientar no sentido de indicar a temperatura de queima ideal para cada composição. Através da Análise Térmica Diferencial do resíduo, pode-se verificar em 1100°C um pico relativo ao início da fusão de fases vítreas presentes na amostra, e provavelmente o início do amolecimento do resíduo. Portanto, as amostras apresentaram uma maior retração linear (11,8%),

T (°C)	P (%)			σ_f (MPa)			λ (W/mK)			ϵ (Ws ^{0,5} /m ² K)		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C	A	B	C
950	41	40	55	$3,0 \pm 0,6$	$2,4 \pm 0,1$	$2,5 \pm 0,2$	$0,39 \pm 0,02$	$0,40 \pm 0,02$	$0,30 \pm 0,01$	812	837	639
1000	38	38	40	$8,9 \pm 0,4$	$9,0 \pm 1,5$	$18,9 \pm 0,5$	$0,51 \pm 0,03$	$0,52 \pm 0,01$	$0,49 \pm 0,01$	953	967	942
1100	33	30	42	$24,7 \pm 0,3$	$26,3 \pm 2,2$	$23,8 \pm 1,7$	$0,71 \pm 0,01$	$0,70 \pm 0,03$	$0,44 \pm 0,03$	1183	1180	860
1170	29	35	64	$38,7 \pm 0,7$	$21,5 \pm 1,4$	$10,4 \pm 1,4$	$0,96 \pm 0,03$	$0,65 \pm 0,02$	$0,40 \pm 0,02$	1489	1082	654
1200	17	44	76	$45,2 \pm 2,4$	$14,9 \pm 0,2$	$3,0 \pm 0,5$	$1,06 \pm 0,02$	$0,53 \pm 0,03$	$0,29 \pm 0,01$	1565	903	437
1250	38	62	68	$21,9 \pm 0,8$	$6,0 \pm 0,8$	$4,9 \pm 0,7$	$0,69 \pm 0,03$	$0,39 \pm 0,01$	$0,20 \pm 0,02$	1099	637	-----

Tabela 2 - Propriedades medidas para placas constituídas de: (A) pó cerâmico atomizado; (B) pó cerâmico atomizado com a incorporação de 20% de resíduo e (C) 100% de resíduo. T: temperatura de queima, P: porosidade, σ_f : resistência à flexão, λ : Condutividade Térmica e ϵ : Efusividade Térmica

justificando a maior resistência à flexão nessa temperatura. A temperatura de queima utilizada industrialmente para a fabricação do produto semi-grês (B11a) é de 1170°C, o que indica ser provável a sua redução para 1100°C diminuindo o consumo de energia nessa produção e utilizando somente o resíduo de polimento para a

REFERÊNCIAS

fabricação deste produto. Além disso, este produto também apresentará uma menor temperatura de contato (conseqüência da rugosidade presente na superfície) se comparado com as placas sem a incorporação de resíduo (cuja superfície é lisa), já que a condutividade e a efusividade térmica dessas amostras diminuíram de $0,71 \pm 0,01$ W/mK e 1183 $Ws^{0.5}/m^2K$ para $0,44 \pm 0,03$ W/mK e 860 $Ws^{0.5}/m^2K$. Logo, essas placas cerâmicas apresentarão maior conforto térmico no contato para o usuário.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer o apoio financeiro recebido pela CAPES, como também a

ASHRAE FUNDAMENTALS. Cap. 8: Thermal Comfort. Atlanta, 1997. de

ASSOCIAÇÃO OBRASILEIRADENORMAS TÉCNICAS (ABNT). NBR13818, Placas cerâmicas para revestimento – Especificação e métodos ensaios. Rio de Janeiro, 1997.

DUTRA, R. P. S.; PONTES, L. R. DE ARAÚJO, Obtenção e análise de cerâmicas porosas com a incorporação de produtos orgânicos ao corpo cerâmico, *Cerâmica*, 48 (2002) 223-230.

FANGER, P.O. Thermal Comfort. New York, McGraw-Hill Book Company, 1970. ISO

13006. Ceramic tile-Definitions, classification, characteristics and marking, 1995.

RHEE, S.K. Porosity-Thermal Conductivity Correlations for Ceramic Materials. *Materials Science and Engineering*, 20 (1975) 89-83.

XAVIER, A.A.P. Predição de conforto térmico em ambientes internos com atividade sedentária - Teoria física aplicada a estudos de campo. Florianópolis, 2000. 251p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina.

empresa Gytoku-SP pelo apoio técnico e fornecimento das matérias-primas utilizadas neste trabalho.

Abstract. In places where people are bare feet, the thermal sensation of cold or hot depends on the environmental conditions and material properties including its microstructure and crustiness surface. The introduction of the crustiness surface on the ceramic floor tiles interfere in the contact temperature and also it can be a strategy to obtain ceramic tiles more comfortable. Materials with low conductivities and densities can be obtained by porous inclusion are due particularly to the processing conditions usually employed. However, the presence of pores generally involves low mechanical strength. In this context, this work has as objective to correlate the microstructure of the porous ceramic tiles obtained with your thermal and mechanical properties. Porous ceramic tiles were obtained by pressing an industrial atomized ceramic powder incorporated with residue from porcelainized stoneware tile polishing and changing firing temperature. Raw materials and obtained compacted samples were evaluated by chemical analysis, scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive spectrometry (EDS), thermogravimetric analysis (TGA), and differential thermal analysis (DTA). Thermal (thermal conductivity and effusivity) and physical (porosity) measurements were also evaluated. The results show that by increasing the porosity, the thermal conductivity and effusivity decrease and improve the comfort by contact.

Key-words: Ceramic floor tiles, Microstructure, Thermal and mechanical properties