



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
Curso de Engenharia de Materiais



ADRIANO ZEFERINO RAMOS

**DESENVOLVIMENTO DE PORCELANA (BONE CHINA) A PARTIR DA
CAULINITA AMAZÔNICA E OSSOS BOVINOS CALCINADOS**

MANAUS / AM

2023



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
Curso de Engenharia de Materiais



ADRIANO ZEFERINO RAMOS

**DESENVOLVIMENTO DE PORCELANA (BONE CHINA) A PARTIR DA
CAULINITA AMAZÔNICA E OSSOS BOVINOS CALCINADOS**

Orientador: Profº Dr. Jean Carlos Silva Andrade

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Amazonas, como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Materiais.

MANAUS / AM

2023

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Ramos, Adriano Zeferino

R175d Desenvolvimento de porcelana (bone china) a partir da caulinita amazônica e ossos bovinos calcinados / Adriano Zeferino Ramos .2023

50 f.: il. color; 31 cm.

Orientador: Jean Carlos Silva Andrade
TCC de Graduação (Engenharia de Materiais) -
Universidade Federal do Amazonas.

1. Porcelana de osso. 2. Caulinita amazônica. 3. Resíduo sólido.
4. Calcinado de ossos bovinos. 5. Bone China. I. Andrade, Jean
Carlos Silva. II. Universidade Federal do Amazonas
III. Título

ADRIANO ZEFERINO RAMOS

**DESENVOLVIMENTO DE PORCELANA (BONE CHINA) A PARTIR DA
CAULINITA AMAZÔNICA E OSSOS BOVINOS CALCINADOS**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Engenharia
de Materiais, da Universidade Federal
do Amazonas, como parte dos
requisitos necessários à obtenção do
grau de Bacharel em Engenharia de
Materiais.

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Jean Carlos Silva Andrade
Presidente da Banca / Universidade Federal do Amazonas - UFAM

Prof. Dr. José Carlos Calado Sales Júnior
Universidade Federal do Amazonas

Eng^a. MSc. Bruna Bandeira do Nascimento
DENSO

DEDICATÓRIA

À minha mãe, Auxiliadora, minha avó Francisca (*in memoriam*) e minhas tias Nete (*in memoriam*) e Dadá, pelo exemplo de persistência, dedicação e força.

AGRADECIMENTOS

A minha mãe, Auxiliadora, por toda educação, suporte, confiança, acolhimento e amor que recebi em toda minha vida. Foi a pessoa que me ensinou que, por meio da educação, eu posso ir além.

Aos meus amigos de longas datas, Kerol e Janderson, pelo companheirismo, conselhos, inspirações e paciência durante essa caminhada.

Aos meus amigos que fiz durante a academia, em especial a Laila e Will. Sabemos o que passamos nesses anos, não foi fácil, mas tínhamos uns aos outros para nos apoiar e, aos poucos, estamos vencendo. Com vocês, “o fardo ficou mais leve”. Muito obrigado.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Jean Andrade, por sonhar junto comigo em tornar esse trabalho real. Obrigado pela orientação, ensinamentos, dedicação, paciência e por apresentar o “mundo das cerâmicas” durante suas aulas, elas foram fundamentais.

Aos professores e técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais, em especial os professores Dr. José Carlos Calado Sales Júnior e Dr. Yurimiler Leyet Ruiz, por serem exemplos de profissionais e dedicação no que fazem, por provocarem nos alunos a busca pelo conhecimento.

Ao CNPq e à FAPEAM pelos incentivos a pesquisas durante esses anos.

Os laboratórios: NANOPOL, LabMat, LPMAT, LFQM, LaMAC, LabPAV, da UFAM e Central Analítica – CMC - IFAM e seus respectivos técnicos, coordenadores e pesquisadores, por todo apoio e suporte durante esses anos de aprendizados e elaboração desse TCC.

A Universidade Federal do Amazonas, pela oportunidade de adquirir conhecimentos, desenvolver habilidades e me formar cidadão e profissional.

Por fim, ao povo brasileiro, espero um dia retribuir de alguma forma pelos conhecimentos adquiridos, em uma Universidade pública e gratuita. Minha gratidão.

RESUMO

O consumo de bens e serviço vem crescendo cada vez mais desde o séc. XVII, e isso, acabou gerando maiores descartes de materiais sem que ocorresse o esgotamento total do seu uso, sendo assim, produzindo resíduos sólidos. Alguns desses resíduos ainda podem ser aproveitados por algumas indústrias, como a indústria cerâmica, a qual pode incorporar materiais como substituintes que reproduzem as propriedades de um produto ou as melhorando. O osso bovino, um resíduo de origem animal, pode ser reaproveitado como substituintes em porcelanas, conhecidas como *bone china*. Embora, o método de processamento dessa cerâmica seja bastante usual em diversos países desde a década de 60, no Brasil, ainda não é muito conhecida, mesmo ele tendo um grande potencial de produção devido ser um dos maiores exportadores de carne bovina no mundo. Para esse estudo, foram feitas análises de FRX, DRX, DSC, TG/DTG e estudos de processamento cerâmico e tecnológicos com o objetivo de produzir uma porcelana utilizando osso bovino calcinado e a caulinita encontrada na região amazônica a partir de três tipos de formulações com tratamento térmico a 1180, 1210, 1240 e 1270°C. Observou-se uma forte influência de quartzo, presentes na caulinita amazônica, o que afetou na tensão de ruptura à flexão do material proposto, porém, mesmo assim os resultados foram relevantes e alcançando o objetivo de produzir porcelanas utilizando o osso bovino e a caulinita amazônica.

Palavras-chave: Porcelana de osso; Caulinita Amazônica; Resíduo Sólido.

ABSTRACT

The consumption of goods and services has been growing more since the 17th century and this generates waste without the total exhaustion, thus producing solid waste. Some of these waste can still be used by some industries, such as the ceramic industry, which can incorporate materials as substitutes that reproduce the properties of a product or improve them. Bovine bone, a residue of animal origin, can be reused as substituents in porcelain, known as *bone china*. Although, the method of processing this ceramic is quite usual in several countries since the 60's, in Brazil, it is not very known, even though it has a great production point due to being one of the largest exporters of beef in the world. In this study was made analyzes of XRF, XRD, DSC, TGA/DTA and studies of ceramic and technologic processing with the aim of developing porcelain using calcined bovine bone and kaolinite found in the Amazon region from three types of formulations with heat treatment at 1180, 1210, 1240 and 1270°C. There was a strong influence of quartz, present in the Amazonian kaolinite, which affected the flexural strength of the proposed material, however, even so the results were relevant and achieving the object of producing porcelain using bovine bone and Amazonian kaolinite.

Keywords: Bone porcelain; Amazonian kaolinite; Solid waste.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura da Célula Unitária da Hidroxiapatita- CIF 87671 - extraído a partir da base de dados ICSD	19
Figura 2 - Célula Unitária da Caulinita - CIF 80082 - extraído a partir da base de dados ICSD	21
Figura 3 - Reações Químicas da Caulinita sob influência da temperatura	22
Figura 4 - Célula unitária do feldspato	23
Figura 5 - Reações Químicas que ocorrem na Porcelana de Osso quando estão sob aquecimento	25
Figura 6 - Esquema do processo da Calcinação do Osso Bovino	26
Figura 7 - Determinação da Umidade Ótima para a confecção dos CPs	29
Figura 8 - Determinação da Umidade Ótima para a confecção dos CPs	30
Figura 9 - Ossos bovinos lavados, antes da etapa de moagem	33
Figura 10 - Ossos bovinos (a) antes da calcinação (b) após calcinação a 1000°	34
Figura 11 - Calcinado de Ossos Bovinos - COB já moído e peneirado	34
Figura 12 - DRX Caulim extraído nas proximidades do Km 50 na BR 174 comparado com o CIF - 68698 e 89284 – ICSD	36
Figura 13 - DRX do COB comparado com o CIF - 87671 – ICSD	37
Figura 14 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 40% de COB, 30% de Caulinita e 30% de feldspato Potássico	38
Figura 15 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 45% de COB, 27,5% de Caulinita e 27,5% de feldspato Potássico	39
Figura 16 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 50% de COB, 25% de Caulinita e 25% de feldspato Potássico	39
Figura 17 - Curvas de TG/DTG e DCS do COB	40
Figura 18 - RLq (%) x Temperatura (°C)	41
Figura 19 - MEAq (g/cm ³) x Temperatura (°C)	42
Figura 20 - AA (%) x Temperatura (°C)	43
Figura 21 - PA (%) x Temperatura (°C)	44
Figura 22 - TRF (MPa) x Temperatura (°C)	45

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Retração Linear após Queima.....	31
Equação 2 - Densidade (D).....	31
Equação 3 - Absorção de Água (AA)	32
Equação 4 - Porosidade Aparente (PA).....	32
Equação 5 - Tensão de Ruptura à Flexão (TRF).....	33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Formulações de massas cerâmicas do estudo	28
Tabela 2 - Resultado das análises químicas das matérias-primas estudadas (% em peso)	35
Tabela 3 - Resultado das análises químicas das formulações de massas desenvolvidas (% em peso).....	35

LISTA DE SIGLAS

COB	CALCINADOS DE OSSOS BOVINO
FRX	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X
TG/DTG	TERMOGRAVIMETRIA/ t TERMOGRAVIMETRIA derivada
DSC	CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE VARREDURA
DRX	DIFRAÇÃO DE RAIO X
CA	CÁLCIO
P	FÓSFORO
SI	SILÍCIO
O	OXIGÊNIO
Al	ALUMÍNIO
K	POTÁSSIO
Na	SÓDIO
H	HIDROGÊNIO
PO	PORCELANA DE OSSO
TCF- β	TRI-CÁLCIO FOSFATO- β
FI	FORMULAÇÃO CERÂMICA COM 40% DE COB, 30% DE CAULINITA E 30% DE FELDSPATO
FII	FORMULAÇÃO CERÂMICA COM 45% DE COB, 27,5% DE CAULINITA E 27,5% DE FELDSPATO
FIII	FORMULAÇÃO CERÂMICA COM 50% COB, 25% CAULINITA E 25% FELDSPATO
MEA	MASSA ESPECÍFICA APARENTE
PF	PERDA AO FOGO
RLQ	RETRAÇÃO LINEAR APÓS QUEIMA
D	DENSIDADE
AA	ABSORÇÃO DE ÁGUA
PA	POROSIDADE APARENTE
TRF	TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
1.1. OBJETIVO GERAL.....	17
1.2. OBJETIVO ESPECÍFICO	17
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1. MATÉRIAS PRIMAS.....	18
2.1.1. CALCINADO DE OSSOS BOVINOS.....	18
2.1.1.1. PROCESSO DE PRODUÇÃO DO COB	18
2.1.2. CAULIM	20
2.1.3. FELDSPATO	22
2.1.3.1. FELDSPATO POTÁSSICO	23
2.1.4. PORCELANAS	23
2.1.4.1. PORCELANA DE OSSO	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
3.1. Materiais.....	25
3.1.1. Obtenção da Caulinita Amazônica.....	25
3.1.2. Obtenção do Calcinado do Osso Bovino.....	26
3.1.3. Obtenção do Feldspato potássico.....	27
3.2. Caracterização das matérias-primas	27
3.2.1. Análise química.....	27
3.2.2. Análises de fases	27
3.2.3. Análise térmica.....	27
3.3. Estudo do processamento cerâmico.....	28
3.3.1. Formulação da massa cerâmica	28
3.3.2. Processo de homogeneização e mistura das matérias-primas	28
3.3.3. Processo de umidificação da massa cerâmica	29
3.3.4. Determinação da compactação dos corpos-de-prova	29
3.3.5. Preparação e confecção de corpos-de-prova.....	30
3.3.6. Processo de sinterização	30
3.4. Propriedades tecnológicas	31
3.4.1. Retração Linear após Queima (RLQ).....	31

3.4.2. Densidade (D)	31
3.4.3. Absorção de Água (AA)	31
3.4.4. Porosidade Aparente (PA).....	32
3.4.5. Ensaio mecânico	32
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
4.1. Materiais.....	33
4.1.1. Obtenção do Calcinado do Osso Bovino.....	33
4.2. Caracterização das matérias-primas	35
4.2.1. Análise química.....	35
4.2.2. Análises de fases	36
4.2.3. Análise térmica.....	37
4.3. Propriedades tecnológicas	40
4.3.1. Retração Linear após Queima (RLQ).....	40
4.3.2. Densidade (D)	41
4.3.3. Absorção de Água (AA)	42
4.3.4. Porosidade Aparente (PA).....	43
4.3.5. Ensaio Mecânico	44
5. CONCLUSÃO	45
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	46
APÊNDICE A	50

1. INTRODUÇÃO

A partir da Revolução Industrial, no final do século XVIII, o acelerado crescimento populacional com a expansão dos centros urbanos, associado ao aumento do poder aquisitivo da população para consumo de bens e serviços, fez com que ocorresse o aumento de resíduos sólidos descartados irregularmente, causando graves problemas de saúde pública e ambiental.

No século XIX, o debate sobre o reaproveitamento de resíduos começou a ser discutido. Com o conceito de modernidade estabelecido na época, as máquinas passaram a participar dos meios de produção e tornaram muitos produtos “obsoletos”. Já no século XX, após a Conferência das Nações Unidas, na Conferência de Estocolmo, foi apresentado o conceito de “Desenvolvimento Sustentável” que, segundo Filho (1993, p. 135 apud Raynaut e Zanoni, 1993), "desenvolvimento que responde às necessidades do presente sem comprometer as possibilidades das gerações futuras de satisfazer suas próprias necessidades".

Um grave problema gerado pelo consumo de alimentos de origem vegetal e animal é a larga produção de resíduo sólido, sendo este um material resultado em que não há uma destinação e descarte de forma apropriada, ocorrendo ainda em rede de esgoto ou em cursos d’água, com isso, se faz necessário soluções técnicas viáveis em face de uma melhor tecnologia disponível. (BARROS e LICCO,2007; FILHO e SOLER, 2019)

Conforme dados do IBGE (2022), em 2022, no Brasil, foram abatidas mais de 29,47 milhões de cabeças de bovinos, um aumento superior a 7,0 % em relação ao ano de 2021. O Brasil ainda se destaca como um dos maiores exportadores de carne bovina do mundo. Só em carcaças bovinas foram cerca de 7,88 milhões de toneladas e, um modo de reaproveitamento dos ossos, é a sua utilização na forma calcinada como substituinte para a composição de uma massa cerâmica. (BRAGANÇA e BERGMANN, 2006)

Nas indústrias de cerâmicas esse reaproveitamento pode ocorrer a partir da substituição de uma ou mais matérias-primas em que as propriedades do produto sejam reproduzidas ou até melhoradas. (CASAGRANDE, 2008)

Segundo Alatrística (2008), o calcinado de ossos bovinos (COB) é utilizado em massas cerâmicas desde o ano 1748, no Reino Unido, sendo por muito tempo um método exclusivo do país e, somente a partir dos anos 60, que houve a difusão da

técnica por países como EUA, Canadá, Alemanha, Rússia e Japão. (apud BRAGANÇA e BERGMANN, 2006)

No Brasil ainda não há relatos da produção de porcelana a partir do COB em escala industrial e não há uma quantidade expressiva de pesquisas relacionadas a sua aplicação. Alatriza afirma que, o COB, é uma matéria prima que não é extraída do solo, é renovável e possui recurso abundante no Brasil. Segundo Gouvêa et al. (2007), a porcelana produzida a partir dessa matéria prima possui propriedades melhoradas quando comparadas com as porcelanas de argilas, tais como melhores alvuras, translucidez e elevada resistência mecânica.

Até o momento não foram encontrados estudos utilizando COB e caulinita amazônica voltado para a produção da massa cerâmica de porcelana.

1.1. OBJETIVO GERAL

Produzir massa cerâmica de porcelana utilizando a caulinita amazônica e calcinados de ossos bovinos como substituintes.

1.2. OBJETIVO ESPECÍFICO

- Obter caulinita amazônica in natura;
- Produzir calcinados de ossos bovinos (COB);
- Caracterização das matérias primas cerâmicas por meio de FRX e TG /DTA e DSC;
- Determinar as fases presentes da caulinita amazônica e do COB por meio de Difração de Raio X;
- Formulação da massa cerâmica;
- Teste de ensaio mecânico;
- Determinar a absorção de água, retração linear após a queima, massa específica aparente e porosidade aparente.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. MATÉRIAS PRIMAS

2.1.1. CALCINADO DE OSSOS BOVINOS

Os ossos bovinos, quando submetidos a altas temperaturas, tem como produto o calcinados de ossos bovinos, o COB, uma matéria prima com elevado grau de pureza, não extraído da terra, renovável, reciclável e com um alto valor agregado, em especial para a indústria de porcelana (ALATRISTA, 2008). Os ossos de outras espécies de animais não possuem tanto valor agregado devido a presença de teores expressivos de óxidos de ferro, o que diminui a alvura, uma das principais características que o COB confere a porcelana.

Os ossos são constituídos por partes orgânicas e inorgânicas. As orgânicas são compostas por fibras, na forma de colágeno, e glicoproteínas. As inorgânicas são compostas, na sua maior parte, por cálcio (Ca) e fósforo (P) e a relação Ca/P indica que estão na forma de cristais de hidroxiapatita (Ha). (Guimarães, 2015; CARÚS, 2013)

Na formulação da massa cerâmica da porcelana, o COB pode atuar como auxiliar na plasticidade, quando calcinados em temperaturas próximas de 800°C, embora a argila plástica seja a principal responsável. (BRAGANÇA e BERGMANN, 2006) Outras propriedades que o COB confere à massa cerâmica são a maior resistência mecânica, tenacidade e alvura, sendo essas as mais desejadas pela indústria de porcelana. O COB pode atuar também como redutor da temperatura *liquidus* do sistema, com isso, ocorrendo a redução da temperatura de sinterização de 50 a 70°C, devido a quantidade de vidro formado pela reação entre hidroxiapatita, caulim e feldspato durante a queima da peça cerâmica. Uma desvantagem da utilização do COB em massas cerâmicas de porcelana é o curto intervalo de gresificação das peças.

2.1.1.1. PROCESSO DE PRODUÇÃO DO COB

Para produzir COB com uma elevada pureza e que ocorra um melhor rendimento de produção durante a calcinação é necessário que ocorra três etapas fundamentais: limpeza, calcinação e moagem. Gouvêa (2009) diz que 9,6% do custo total de produção de bone china é referente ao tratamento dos ossos quando são

transformados em matéria prima. Quando o osso passa por uma limpeza e calcinação eficiente, há uma redução do custo total do produto final.

Worral (1996) afirma que a limpeza dos ossos pode ser realizada em três tipos: por meio de água quente, vapor ou solventes. Essa etapa visa a eliminação do sangue, gordura e outras matérias orgânicas de fácil acesso, impregnadas nas superfícies e cavidade do osso, estas, agem como contaminantes no processo de calcinação, formando óxidos de ferro.

A calcinação, considerada a principal etapa do processo de transformação do osso em matéria-prima, visa a completa remoção dos componentes orgânicos que restaram na superfície do material, com isso, obtendo somente o produto desejado, a hidroxiapatita. Na figura 1 é apresentada a estrutura da Hidroxiapatita.

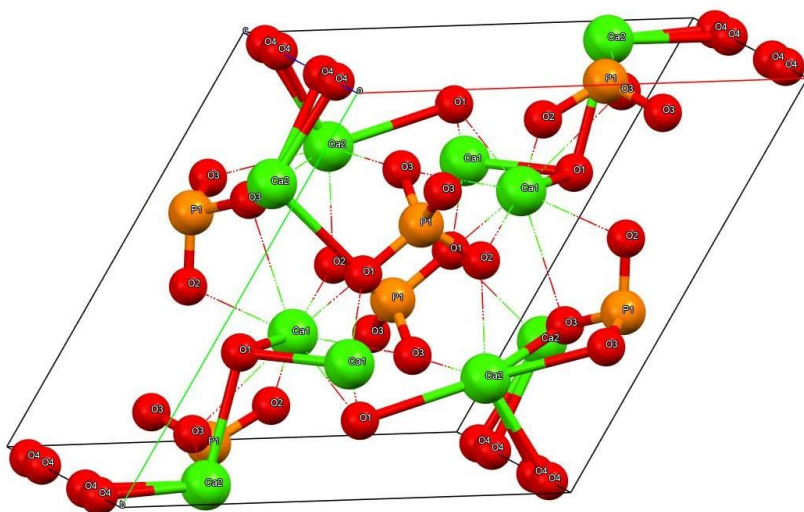


Figura 1 - Estrutura da Célula Unitária da Hidroxiapatita- CIF 87671 - extraído a partir da base de dados ICSD.
Fonte: Do autor

A forma de calcinação do osso bovino é discutida em vários estudos. De acordo com Cooper (1995), a temperatura ideal para calcinar o osso é por volta dos 1000°C para uma total eliminação de contaminantes adsorvidos na superfície do material. Para Carús (2013), a temperatura de calcinação influencia diretamente a área específica do material, ou seja, quanto maior a temperatura que o material é submetido a calcinação, menor será a área específica. Para Alatrística (2008), a calcinação ocorre a partir dos 700°C e, até 1000 °C, ocorre transformações na composição química, crescimento no tamanho de grão das partículas e podem apresentar contaminantes de grupos funcionais quando há uma insuficiência de ar

durante o processo de calcinação. Gouvêa (2007) complementa, que a atmosfera do forno de calcinação é mais importante do que a temperatura em si e é necessário um ambiente com atmosfera oxidante para impedir a formação de espécies adsorvidas nas superfícies do COB.

A última etapa é a moagem, com o objetivo de reduzir a granulometria do COB que, segundo Cooper, é recomendado um tamanho inferior a 14µm, em virtude de ser a granulometria utilizada pelos produtores de porcelana.

Passado essas etapas obtém-se exclusivamente a hidroxiapatita que, segundo Mukhopadhyay et al. (2011), se decompõe em tri-cálcio fosfato-β (TCF- β), cal e águas, na seguinte reação:



2.1.2. CAULIM

O termo caulim é utilizado para nomear a rocha que é constituída por caulinita e, também, o produto acabado após seu beneficiamento. Ele é uma argila branca, com granulometria fina, composto por aluminossilicato hidratado, podendo ser apresentado, de forma primária, por caulinita e/ou haloisita, de forma secundária por diquita e nacrita e podem ser encontrados na presença de quartzo, mica, feldspato, óxido de ferro, titânio, entre outros, estes considerados como contaminantes. (LUZ, 2008; SILVA, 2016)

No Brasil, há tipos de caulim considerados primário e secundário. Os primários, são classificados como intemperizados, hidrotermais e solfataras, provenientes de alterações de rochas in situ por meio da circulação de fluidos quentes do interior da crosta terrestre, ações de emanações vulcânicas ácidas ou da hidratação de silicato anidro de alumínio, com remoção de álcalis. Estes são comuns nos estados de Minas Gerais, Paraíba, São Paulo, Goiás, Santa Catarina e Paraná. (LUZ, 2008; SANTOS, 1992)

Os secundários, são formados em ambientes úmidos, como região de pântanos, lagos, lagoas e deltas de rios, onde ocorre uma alta influência no ambiente por meio da sedimentação de materiais “arrastados” pelas águas. Esses tipos de caulim possuem baixos teores de quartzo e mica, apresentam uma menor granulometria, porém apresentam uma maior contaminação de óxidos de ferro e óxido

de titânio. São classificados em sedimentar, areias caulínicas e argilas plásticas, refratárias e silicosas. São comumente encontrados na região Amazônica, como nos estados do Amazonas, Amapá e Pará. (LUZ, 2008; SANTOS, 2013)

A caulinita, classificada como argilomineral 1:1, se apresenta em partículas cristalinas em forma de camadas ou lamelas composta por silicatos de alumínio hidratados, divididos em subcamadas, ou “folhas”, no formato de tetraedros de silício e oxigênio e uma outra no formato de octaedro composto por alumínio e oxigênio. Há um espaço entre uma camada e outra, chamada de espaço interlamelar, onde são ligadas por ligações de hidrogênio entre o oxigênio do tetraedro de silício e as hidroxilas dos octaedros de alumínio de uma outra camada, esses espaços possuem uma altura de 7Å quando possuem uma estrutura ordenada e 7,16Å numa estrutura desordenada. Na figura 2 mostra um exemplo da estrutura da caulinita. (LUZ, 2008; SANTOS, 2016; SILVA, 2016)

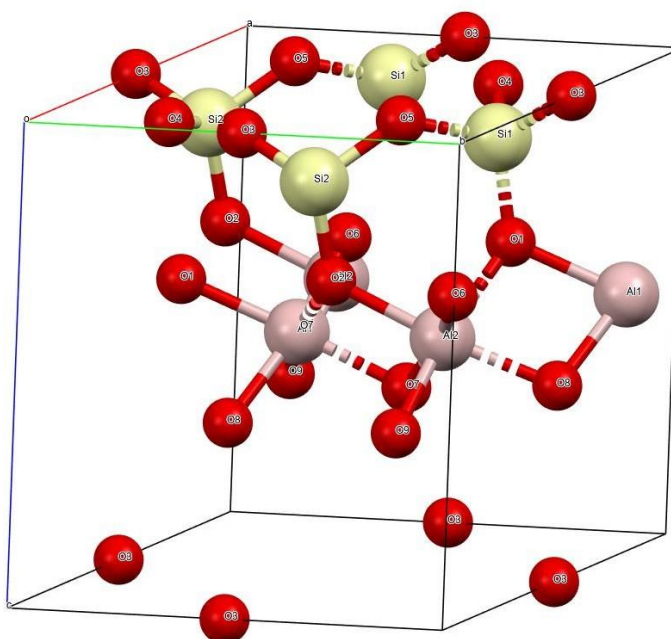


Figura 2 - Célula Unitária da Caulinita - CIF 80082 - extraído a partir da base de dados ICSD. Fonte: Do autor.

O caulim é utilizado em diversos tipos de indústrias como, a de papel, cerâmicas avançadas, porcelana, borracha, plásticos e tintas, por conferir plasticidade aos materiais e atuar como carga e revestimento. (SILVA, 2016)

Segundo Santos (1992), o caulim sofre reações em três estágios, variando de acordo com determinada faixa de temperatura. A partir de 420°C até 600°C a caulinita se transforma em metacaulinita, em temperaturas superiores a 600°C a metacaulinita

sofre reação de estado sólido e se decompõem em um óxido próximo do espinélio, ocorrendo a total reação a 980°C. Entre 980°C e 1225°C o espinélio é transformado em mulita. As reações químicas estão descritas na figura 3.



Figura 3 - Reações Químicas da Caulinita sob influência da temperatura. Fonte: Alatrística, 2008.

2.1.3. FELDSPATO

O feldspato, é um grupo de minerais, com maior presença em volume na crosta terrestre, cerca de 60%. Possui alto teor de K₂O, Na₂O, além da alumina e sílica, a depender da predominância mineralógica (MORELLI e BALDO,2003). Ele atua como fundente na massa cerâmica, ou seja, auxiliam na diminuição da temperatura de sinterização do material. (BRAGANÇA et al., 2010).

Essa característica, de fundente, é devido a presença de compostos alcalinos e/ou alcalinos terrosos na sua estrutura, podendo ser apresentados como impurezas ou simplesmente adicionados na formulação. Com isso, seu uso é bastante frequente na indústria cerâmica, Carús (2012) estima por volta de 60% no Brasil.

São formados por tetraedros de Si-O e Al-O. Todos os O²⁻ dos tetraedros de Si-O são compartilhados com os tetraedros vizinhos, o que dá origem numa estrutura tridimensional, bem como, os tetraedros de Al-O compartilham O²⁻ com os de Si-O, causando assim, um desequilíbrio de cargas na estrutura, o que permite a atuação de cátions como: K⁺, Ca⁺ e Na⁺ na estrutura. Na Figura 4 é possível visualizar a célula unitária de um feldspato. (ALATRISTA, 2008)

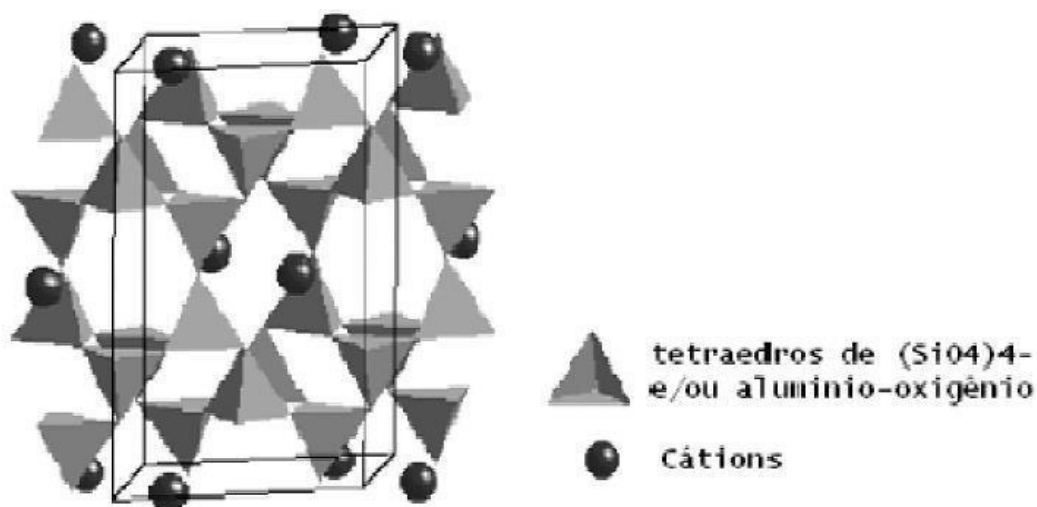


Figura 4 - Célula unitária do feldspato. Fonte: Alatrística, 2008.

Carús (2012), diz que o seu uso na formulação das massas cerâmicas de porcelanas varia entre 10 e 50% em relação ao peso que, além de atuar como fundentes, melhoram a resistência, a tenacidade, a durabilidade, além de promover a redução da porosidade na peça cerâmica e proporcionar o aumento da porcentagem alcalina na fase vítrea das massa cerâmicas. (apud Alatrística, 2008; MORELLI e BALDO,2003).

2.1.3.1. FELDSPATO POTÁSSICO

Os feldspatos são classificados a partir da sua composição química, em função do Cátion A presente na estrutura: feldspato sódico-cálcicos (A = Na, Ca), de bário (A= Ba) e o feldspato potássico (A= K). (CARÚS, 2012)

Os feldspatos potássicos são constituídos por sanidina, ortoclásio, microclínico e adularia. Possuem a fórmula química KAlSi₃O₈ e contém alto teores de K₂O, podendo chegar até 16,9%.

Dentre os tipos de feldspatos, o do tipo potássico é o mais usual na formulação de porcelana, por conter baixo teor de ferro, inferior a 0,07%, assim, não altera a cor do material (BARBA; et al., 2002)

2.1.4. PORCELANAS

Motta (2001) diz que, as cerâmicas brancas, são classificadas a partir do teor de absorção de água realizado pela peça cerâmica. Podem ser do tipo: porcelanas,

quando absorvem de 0 a 0,5%; grês, quando absorvem entre 0,5 e 3%; e louça ou faiança, que são os mais porosos, absorvem acima de 3%.

Miyahara et. al. (2007), acrescenta que, as porcelanas são corpos cerâmicos densos, de alta resistência e que apresentam grande alvura e translucidez. Sua composição é triaxial, ou seja, formados por três tipos de matérias-primas, estes são a argila, feldspato e o quartzo, que são submetidos a sinterização em temperaturas superiores a 1250°C.

2.1.4.1. PORCELANA DE OSSO

A porcelana do osso (PO), é um dos diferentes tipos de porcelanas que existem. É bastante comum na Inglaterra, de onde tem origem, conhecida como Bone China. A porcelana de osso, quando comparadas com as porcelanas tradicionais, apresentam melhores propriedades, como grande alvura e translucidez, baixa vitrificação, maior resistência mecânica e, todas essas características combinadas, produz um material visualmente mais atrativo e que chama bastante atenção do mercado consumidor.

Diversos autores ao longo dos anos fizeram estudos para entender as transformações que ocorrem durante o tratamento térmico das porcelanas de osso. Pierre (1955), diz que quando a massa cerâmica de PO é submetida a temperaturas menores que 1000 °C, ocorrem as mesmas transformações das cerâmicas tradicionais, como perda de água e as transformações da caulinita. Já a partir dos 1000 °C, as reações que ocorrem do PO são específicas, ocorre a transformação da Hidroxiapatita em TCF- β , cal e água e elevada perda de massa nas temperaturas entre 1100 e 1200°C.

Para Taylor (1979), a queima da PO ocorre em duas etapas. A primeira ocorre em temperaturas entre 700 e 800 °C, ocasionando a redução da área superficial e pouca mudança de porosidade; a segunda etapa ocorre a partir de 1000 °C, ocasionando uma redução expressiva da porosidade e um aumento da densidade.

Iqbal (2000), explica as reações de decomposição que ocorrem no processo de queima da massa de PO. A 550 °C, a caulinita se transforma em metacaulinita. A hidroxiapatita, quando na presença de caulinita, em temperaturas superiores a 700 °C se transforma em TCF- β e óxido de cálcio. A metacaulinita reage com o óxido de

cálcio em temperaturas superiores a 850 °C formando a anortita. Na figura 5 mostra as seqüências das reações durante a queima da massa cerâmica.

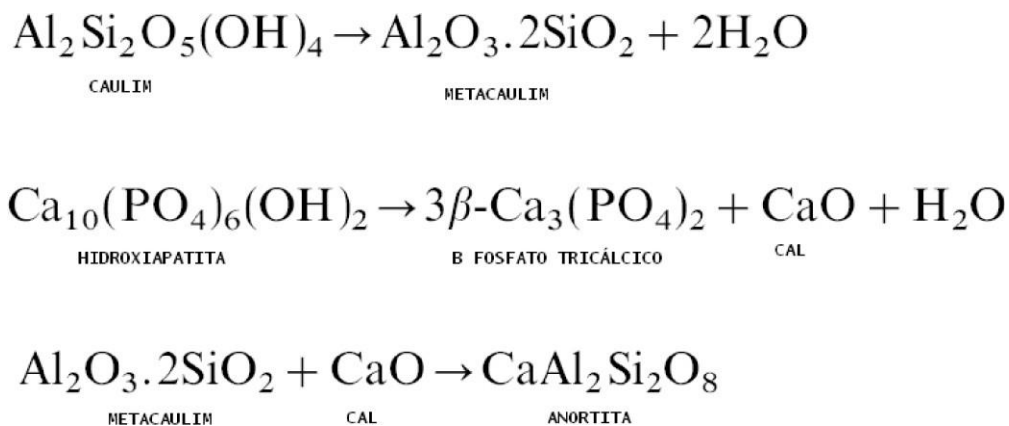


Figura 5 - Reações Químicas que ocorrem na Porcelana de Osso quando estão sob aquecimento. Fonte: Alatrista (2008)

Na PO, a fase amorfa presente é de 30%, diferente da porcelana tradicional (que é cerca de 70%), isso explica a grande translucidez, pois a fase cristalina é formada por cristais de anortita, apresentando um índice de refração próximo da fase vítrea. Esse 70% de fase cristalina presente na PO explica, também, a sua elevada resistência mecânica. (MIYAHARA et. al., 2007; BRAGANÇA e BERGMANN, 2006)

Para realizar a queima da PO, é necessário um melhor controle dos parâmetros do processo, devido que, a vitrificação da peça ocorre numa faixa de temperatura pequena, cerca de 15 a 25 °C, com temperatura crítica entre 1220 e 1250 °C. (BRAGANÇA e BERGMANN, 2006)

A bone china tradicional, a inglesa, é composta por 50% de COB, 25% de caulim e 25% de fundente (Cornish Stone). Em formulações que utilizam proporções de COB acima de 50% resulta num maior custo, porém o material adquire melhores propriedades de translucidez, alvura e resistência, quando possuem proporções abaixo de 50% essas características são afetadas, sobretudo sua cor característica. (BRAGANÇA e BERGMANN, 2006)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais

3.1.1. Obtenção da Caulinita Amazônica

A caulinita Amazônica foi extraída in natura nas proximidades do Km 50 da rodovia BR-174. Em laboratório, passou pela etapa de secagem em estufa a 105 °C

por 24h, em seguida, foi submetida a moagem em um moinho de bolas com duração de 1 hora, em jarro de porcelana para a obtenção do pó com uma maior homogeneidade. Em seguida houve a separação granulométrica utilizando peneira de 200 mesh.

3.1.2. Obtenção do Calcinado do Osso Bovino

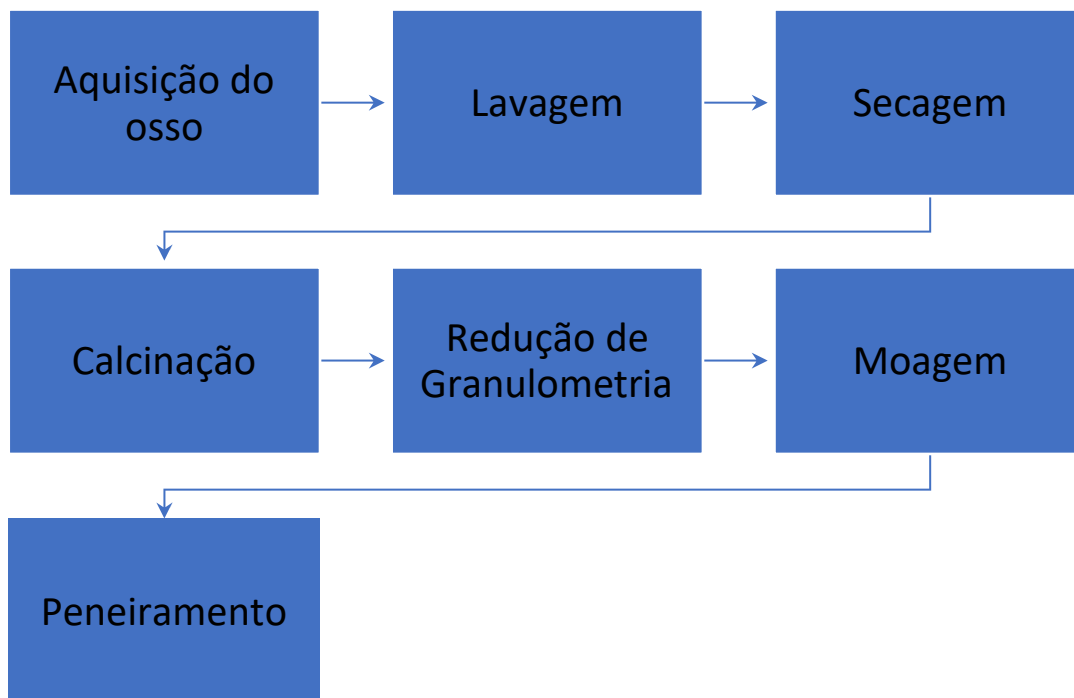


Figura 6 - Esquema do processo da Calcinação do Osso Bovino - Fonte: autoria própria

Os ossos bovinos foram adquiridos em açougue na cidade de Manaus-AM, sem nenhuma especificidade quanto a parte do animal. Os ossos foram submetidos a lavagem para eliminação de tecidos animais e matéria orgânica presentes, como: sangue e gordura. Esta etapa foi realizada em água fervente, sob pressão, por 1h. Em seguida, foi feita a eliminação de materiais ainda presos sobre a superfície dos ossos com auxílio de escovas com cerdas plásticas. Depois disso, os ossos foram secos em estufa por 24h a 110°C (GOUVÊA et. al., 2009).

Após lavagem e seco, foi realizado a calcinação em mufla a 1000°C, a taxa de aquecimento de 2 °C/min, com isoterma de 1 hora. Em seguida, foi reduzido de tamanho com ajuda de um almofariz e pistilo e passado em uma peneira de 14 mesh. O processo de redução da granulometria teve sequência com moagem em moinhos de bolas, durante 12 horas, com razão de bolas de 12,175, por fim, a amostra de COB

foi peneirada em uma peneira de 200 mesh (abertura de 0,075mm) (GOUVÊA, 2007). A Figura 6 ilustra o processo de obtenção do COB.

3.1.3. Obtenção do Feldspato potássico

Matéria-prima comercial (feldspato potássico) adquirida na loja casa do ceramista, localizada na cidade de Curitiba/Paraná, com granulometria abaixo de 325 mesh ($< 0,045$ mm), e fornecida pelo responsável para o estudo, o Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Tecnologia/UFAM.

3.2. Caracterização das matérias-primas

3.2.1. Análise química

As matérias-primas foram submetidas a análise química para verificar sua composição química e mineralógica. Através de análises de fluorescência de raios X (FRX) feito no laboratório de ensaio físico-químico na UFAM em um equipamento de marca PANalytical no modelo Epsilon3-XL.

3.2.2. Análises de fases

Para a determinação das fases cristalinas presentes nos materiais foi realizado o teste de Difração de Raios X (DRX) na forma de pó, obtidos em um equipamento difratômetro de raio-X (XRD-7000 Shimadzu) com varredura contínua na faixa de 10° a 100° , ao passo de $0,02^{\circ}$, com velocidade de $2^{\circ}/\text{min}$, analisados na Central Analítica CMC – IFAM. A interpretação do difratograma foi feita utilizando a base de dados do International Center for Diffraction Data – ICDD.

3.2.3. Análise térmica

Utilizando partes das matérias primas e das formulações, foram feitas análises de calorimetria diferencial de varredura e termogravimetria (DSC-TG) no equipamento de marca TA Instruments, modelo SDT Q600 para identificar transformações físico-químicas a temperaturas final de 1200°C , com taxa de aquecimento $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ com fluxo de gás N 5.0 de 30 ml/min, realizados no laboratório de ensaio físico-químico na UFAM.

3.3. Estudo do processamento cerâmico

3.3.1. Formulação da massa cerâmica

A formulação da massa cerâmica se deu a partir de sugestões de Gouvêa (2007), foram feitas três formulações diferentes, a primeira, com 40% de COB, 30% de Caulinita e 30% de feldspato, essa formulação foi nomeada de FI. A segunda formulação com 45% de COB, 27,5% de Caulinita e 27,5% de Feldspato, nomeada de FII, A terceira formulação foi utilizada a padrão da boni china com as proporções de 50% COB, 25% Caulinita e 25% Feldspato, chamada de FIII. Todas essas porcentagens são em relação ao peso das massas cerâmicas, conforme Tabela 1. Após isso, as massas cerâmicas foram homogeneizadas e misturadas.

Tabela 1 - Formulações de massas cerâmicas do estudo.

Identificação	Composições das matérias-primas		
	COB (%)	Caulinita (%)	Feldspato (%)
FI	40%	30%	30%
FII	45%	27,5%	27,5%
FIII	50%	25%	25%

Fonte: Do autor.

3.3.2. Processo de homogeneização e mistura das matérias-primas

O processo de homogeneização e mistura (via úmida) das matérias-primas se deu por meio da adição de silicato de sódio (0,3% em peso). O aditivo dispersante foi adicionado as frações de mistura cerâmica a fim de conferir uma melhor homogeneização das matérias-primas. O processo se deu da seguinte forma: em um recipiente, as frações, já com a adição do dispersante, foram misturadas de forma manual sob agitação, durante 5 minutos e, em seguida, foi adicionado água (50% em peso de água em relação a massa total de cada formulação) e misturados novamente até uma melhor homogeneização dos materiais. Feito isso, foram armazenados em formas de alumínio e deixado em estufa a 110°C por 24 horas para que as misturas fossem secas.

Após a etapa de mistura e secagem, FI, FII e FIII, foram moídos com auxílio de almofariz e pistilo e, na sequência, peneirados a 200 mesh.

3.3.3. Processo de umidificação da massa cerâmica

Para que ocorresse o processo de umidificação com a adição de água destilada na massa cerâmica de forma eficiente, foi feita uma investigação preliminar para determinar a porcentagem em peso a ser adicionado. Na figura 7, é apresentado os dados para descobrir a umidade ótima. Verificou-se que, a partir da curva de umidificação da figura 7, a adição de 10% de água destilada é mais adequada, para uma amostra de formato retangular (6x2cm) com 2,001 g/cm³, ou seja, mais densificada no ponto máximo da curva, de maior MEA (g/cm³).

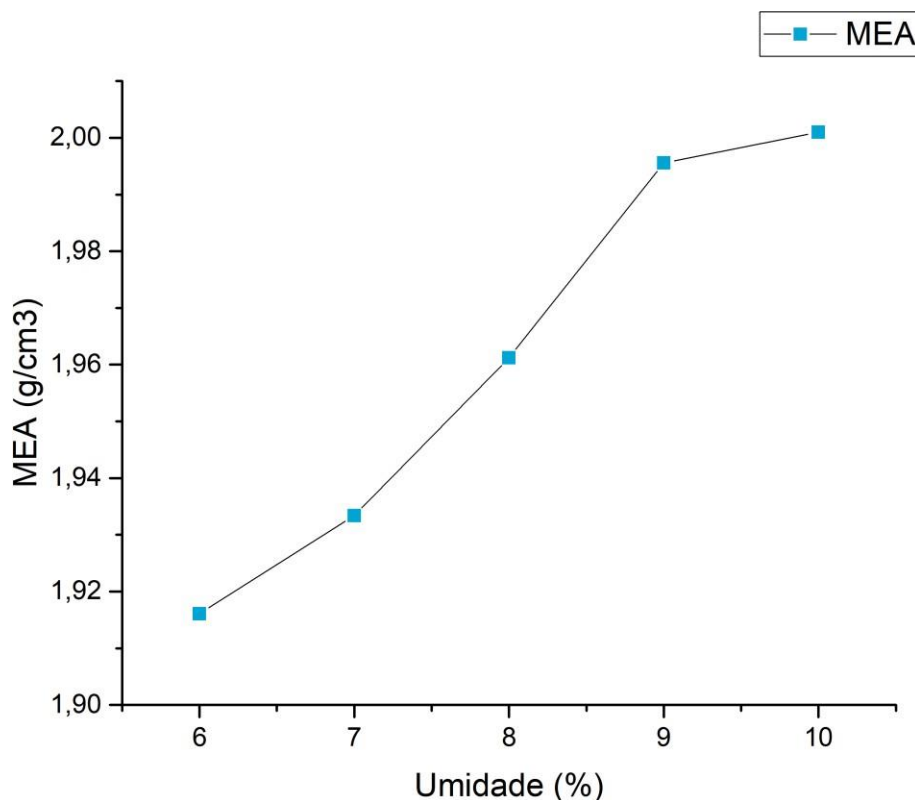


Figura 7 - Determinação da Umidade Ótima para a confecção dos CPs

3.3.4. Determinação da compactação dos corpos-de-prova

Após adicionada a umidade para a conformação dos corpos de provas (10% de água), foi verificada a pressão de compactação de uma massa de composição das matérias-primas do estudo: COB (40%), Caulinita (30%) e Feldspato (30%).

Foram confeccionados 6 corpos de provas com pressão de compactação de 25 MPa, 30 MPa, 35 MPa, 40 MPa, 45 MPa e 50 MPa (figura 8). Constatou-se através

da curva de compactação do gráfico 2, que a pressão de 40 MPa é a mais adequada, apresentando uma densificação de 2,079 g/cm³, ou seja, de maior MEA (g/cm³).

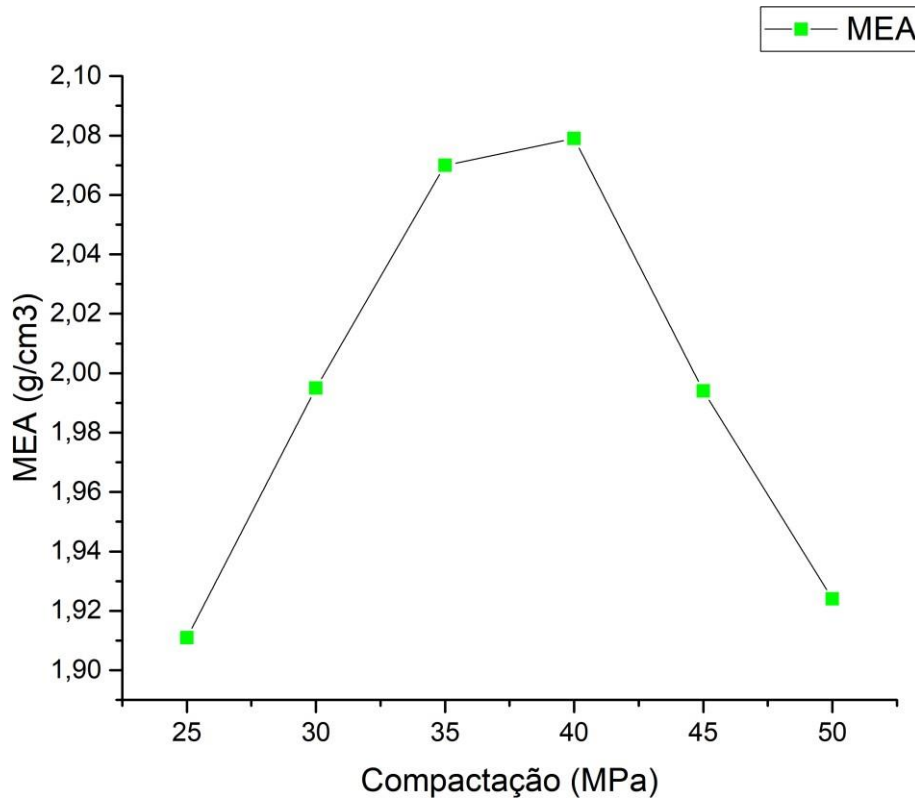


Figura 8 - Determinação da força de compactação para a confecção dos CPs. Fonte: Do autor

3.3.5. Preparação e confecção de corpos-de-prova

Foram produzidos 48 corpos-de-prova (CPs), sendo 16 CPs para cada tipo de formulação. Em seguida, foi pesado 13,15g de amostra, já umidificadas. Após isso, as amostras foram prensadas uniaxialmente em uma prensa hidráulica a 40 MPa por 15 segundos em um molde de dimensões 6x2 cm. Na sequência, foram medidas o comprimento, largura, altura e peso de cada CP (dados à verde).

3.3.6. Processo de sinterização

Os CPs foram submetidos a tratamento térmico em Forno elétrico da marca linn Elektro modelo KK260 80 1060, construído em Bad Frankenhausen na Alemanha, com o seguinte ciclo térmico:

- Temperatura ambiente até 400°C, Taxa de aquecimento de 3°C/min, e isoterma de 30 minutos,
- 400°C até 600°C, Taxa de aquecimento de 3°C/min, e isoterma de 30 minutos,

- 600°C até 1180 °C (1ª temperatura final de queima), até 1210 °C, (2ª temperatura final de queima), até 1240°C (3ª temperatura final de queima), e até 1270°C (4ª temperatura final de queima), com isoterma de 60 minutos para cada temperatura final.

Após a retirada do forno foram pesados e medidos para a caracterização tecnológica (dados pós queima). (GONÇALVES, 2015).

3.4. Propriedades tecnológicas

3.4.1. Retração Linear após Queima (RLQ)

A caracterização de RLQ é obtida a partir das medidas das amostras à verde e após a queima.

A RLQ pode ser calculada pela equação 1:

$$RLQ = \frac{(L_0 - L_f)}{L_f} \times 100 (\%)$$

(1)

Sendo,

RLQ – Retração linear após a queima

L₀ – Comprimento do corpo-de-prova à verde em milímetros

L_F – Comprimento do corpo-de-prova sinterizado em milímetros

3.4.2. Densidade (D)

Para a determinação da densificação, utiliza-se as medidas de comprimento, largura, espessura e peso dos CPs, à verde e após o tratamento térmico.

A densidade foi calculada a partir da equação 2:

$$D = \frac{M}{V} (g/cm^3)$$

(2)

Sendo,

m – Massa em gramas

V – Volume em cm³

3.4.3. Absorção de Água (AA)

Para determinar a AA, os 16 CPs de cada formulação foram utilizados. O processo se deu: em um recipiente com água os corpos-de-prova ficaram

submergidos por 24 horas. Em seguida, foram secas as superfícies das peças cerâmicas e logo foram pesadas para obter os valores da massa úmida (MF) (GONÇALVES, 2015)

Para o cálculo de absorção de água utiliza-se a equação 3:

$$AA = \frac{(M_F - M_0)}{M_0} \times 100 (\%)$$

(3)

Sendo,

AA – Absorção de água

M₀ – Massa seca em gramas

M_F – Massa úmida em gramas

3.4.4. Porosidade Aparente (PA)

A PA foi calculada, em porcentagem, a partir do volume total de poros abertos em relação ao volume dos CPs. Após a análise de AA, os CPs foram pesados com o auxílio de uma balança e um depósito com água, a partir do princípio de Arquimedes. os CPs foram imersos em água para a determinação da massa imersa (M_I)

A PA é calculada a partir da equação 4:

$$PA = \frac{(M_F - M_0)}{(M_F - M_I)} \times 100 (\%)$$

(4)

Sendo,

PA – Porosidade aparente

M_F – Peso úmido em gramas

M₀ – Peso seco em gramas

M_I – Peso imerso em gramas

3.4.5. Ensaio mecânico

Após o teste de PA, os corpos de prova foram secos em estufa a temperatura de 110 °C e, em seguida, foram submetidos a ensaios de resistência à flexão em três pontos, em flexímetro Nannetti CC-96-2006, esta máquina registra a força necessária para a ruptura do corpo.

A tensão de ruptura à flexão (TRF) foi calculada por meio da Equação 5:

$$TRF = \frac{3PL}{2bh} \times 0,0980665 \text{ (MPa)}$$

(5)

Sendo,

P – Carga de ruptura em Kgf

L – Distância entre os apoios em centímetros

b – Largura do corpo-de-prova em centímetros

h – Espessura do corpo-de-prova em centímetros

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Materiais

4.1.1. Obtenção do Calcinado do Osso Bovino

Os ossos bovinos foram adquiridos em supermercado, conforme citado em 4.1.2, e foram lavados em água fervente para a retirada de material orgânico e resto de sangue, para que não ocorresse a contaminação por meio da formação de cianetos durante a calcinação. Na figura 9, pode-se observar os ossos após a realização da etapa de lavagem, sem presença de sangue e tecidos orgânicos presentes na superfície.



Figura 9 - Ossos bovinos lavados, antes da etapa de moagem. Fonte: Do autor.

Após isso, com os ossos já secos, foram calcinados em forno tipo murfla a 1000°C, com taxa de aquecimento de 2°C/min e isoterma de 1 hora. Na figura 10 é possível visualizar os ossos bovinos (a) antes da etapa de calcinação e (b) após calcinação a 1000°C.



Figura 10 - Ossos bovinos (a) antes da calcinação (b) após calcinação a 1000°C. Fonte: Do autor.

Feito isso, os ossos já calcinados, foram submetidos redução de granulometria a partir de almofariz e pistilo e em moinho de bolas durante 12 hora. Após essa etapa, o COB foi peneirado e reservado para a confecção dos CPs. Na Figura 11 pode-se verificar o COB já peneirados a 200 mesh.

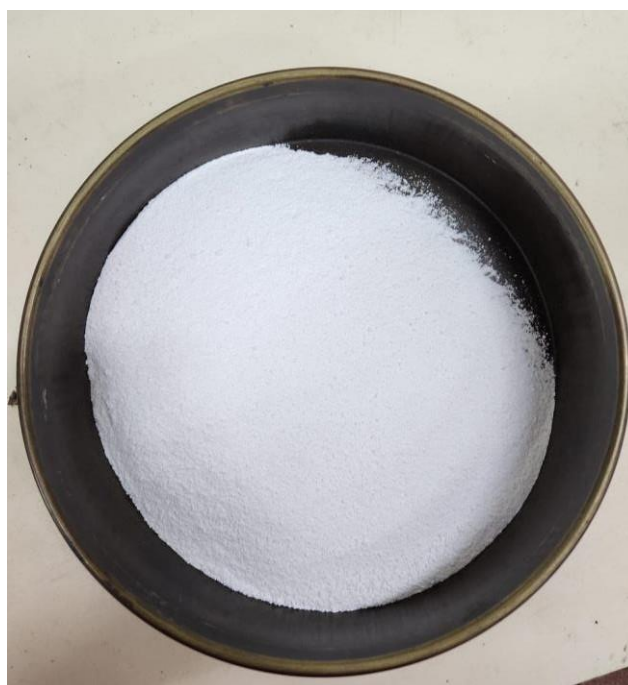


Figura 11 - Calcinado de Ossos Bovinos - COB já moído e peneirado. Fonte: Do Autor.

4.2. Caracterização das matérias-primas

4.2.1. Análise química

Na tabela 2 e 3 é possível identificar os resultados da análise química por FRX. Observa-se uma quantidade elevada de SiO_2 e Al_2O_3 na matéria-prima caulim, o que é bem característico da sua composição. Outro dado que chama bastante atenção é a presença de Fe_2O_3 e TiO_2 na composição do caulim, o que já era esperado, devido ao caulim ser do tipo sedimentar, encontrados na região amazônica.

Nos dados sobre a caracterização do feldspato, pode-se observar a presença de óxidos alcalinos, como Na_2O e em especial o K_2O , o que indica ser do tipo potássico.

As amostras de COB mostraram como presença majoritária os P_2O_5 e CaO , como já era esperado, devido a reação química ocorrida a partir do tratamento térmico.

Tabela 2 - Resultado das análises químicas das matérias-primas estudadas (% em peso).

MP cerâmica (%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	TiO_2	Na_2O	CaO	MnO	P_2O_5	*PF	Outros
Caulim	56,06	39,75	1,47	-	0,79	-	0,26	-	1,13	-	0,54
Feldspato potássico	66,40	18,20	0,05	11,20	-	3,55	-	0,02	-	0,40	0,33
COB	0,13	0,10	0,01	0,07	0,02	-	73,98	-	25,28	2,13	0,58

*PF: Perda ao fogo

Fonte: Do autor.

Na tabela 3, mostra os valores das formulações de FI, FII e FIII e pode-se observar a presença de SiO_2 , Al_2O_3 , CaO e P_2O_5 como principais componentes, o que é característico da formulação pós reação do COB e Caulim.

Tabela 3 - Resultado das análises químicas das formulações de massas desenvolvidas (% em peso).

Formulação (%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	TiO_2	Na_2O	CaO	MnO	P_2O_5	*PF	Outros
FI	27,14	10,09	0,39	5,10	0,26	-	38,67	-	17,84	3,97	0,75
FII	19,25	6,38	0,47	5,08	0,34	-	50,89	-	17,13	3,78	0,58
FIII	21,10	7,92	0,32	4,03	0,23	-	45,75	-	20,10	3,75	0,84

*PF: Perda ao fogo

Fonte: Do autor.

4.2.2. Análise de fases

As duas matérias-primas utilizadas como substituintes, caulinita amazônica e COB, foram analisadas por DRX para a identificação das fases presentes. Os resultados foram interpretados por comparação com a base de dados do ICDD (International Center for Diffraction Data).

No DRX do caulim, figura 12, foi observado a presença da fase caulinita (CIF 68698), como majoritário, e quartzo (CIF 89284). Não foi identificada a presença de óxido de ferro e titânio, como mostrou os resultados obtidos por FRX, na forma de fase cristalina.

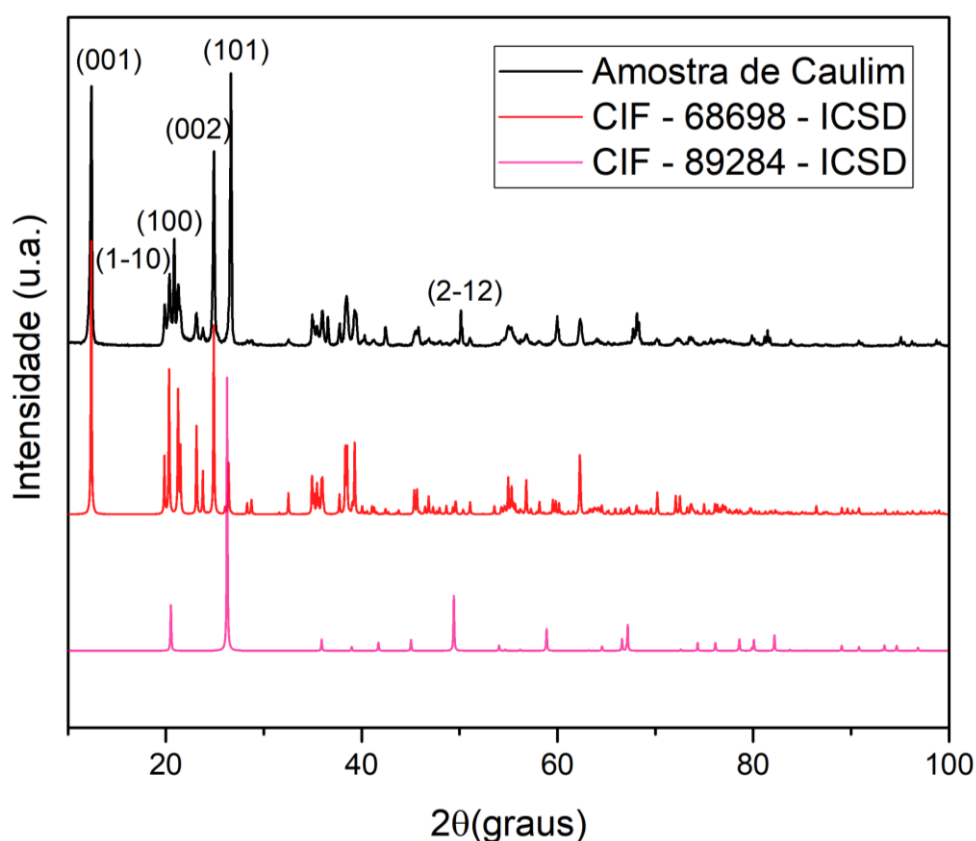


Figura 12 - DRX Caulim extraído nas proximidades do Km 50 na BR 174 comparado com o CIF - 68698 e 89284 - ICSD. Fonte: Do autor.

O DRX do COB, figura 13, foi identificada, na sua totalidade, a presença da hidroxiapatita, indicando a transformação total do osso bovino em hidroxiapatita a 1000°C.

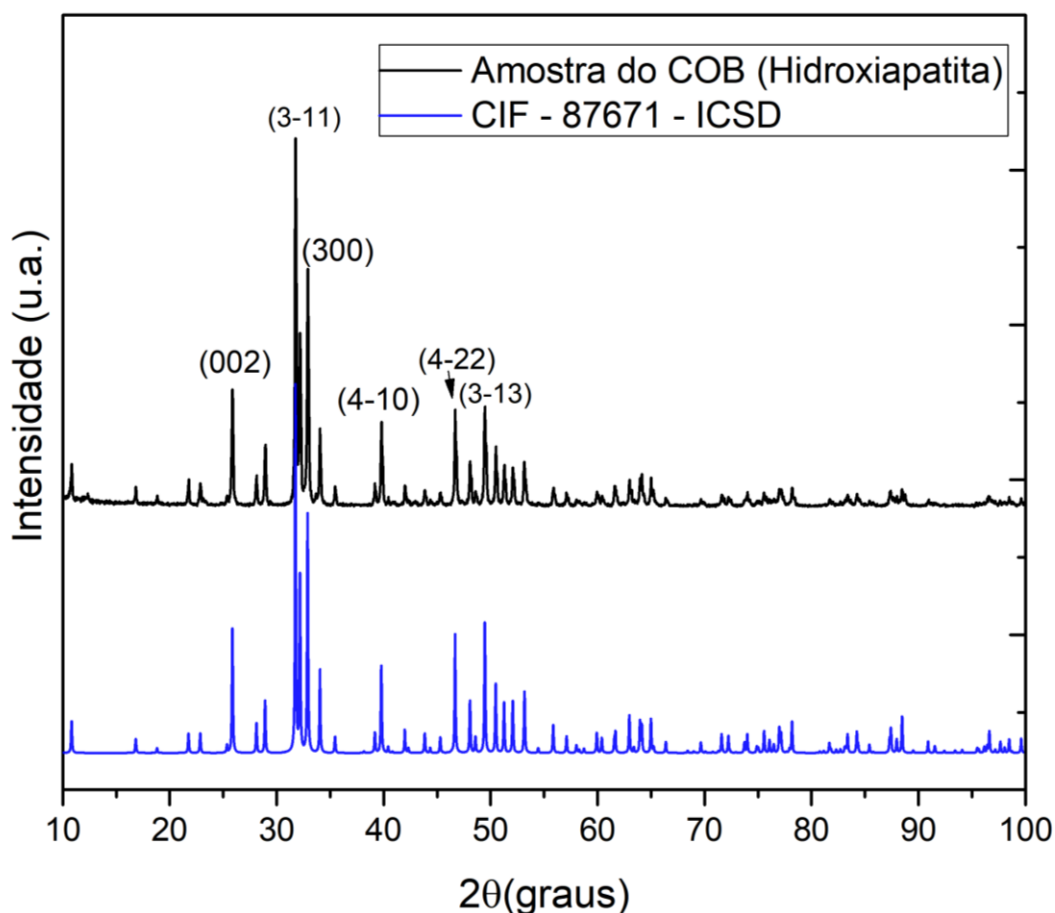


Figura 13 - DRX do COB comparado com o CIF - 87671 - ICSD. Fonte: Do autor

4.2.3. Análise térmica

Foram analisadas, por meio de TG, DTG e DSC, frações de FI, FII e FIII além de frações de COB em ambiente de N₂, com taxa de aquecimento de 10°C/min até 1200°C de temperatura final.

Nas figuras 14, 15 e 16, são apresentadas as reações físico-químicas que ocorrem em FI, FII e FIII, respectivamente. É possível observar que, entre a temperatura inicial (temperatura ambiente) até por volta de 400°C houve perda significativa de material, com redução de aproximadamente 1% de massa. Entende-se que, nessa faixa de temperatura, ocorra a perda de água (por volta de 100°C, podendo ser estendido até 250°C por conter argila caulinita), essa reação pode ser

visualizada na curva de DTG como uma reação endotérmica. A partir de 250°C até 400°C ocorre a reação de matéria orgânica presente ainda no material, e na curva de DTA é possível verificar picos exotérmicos. A partir de 400°C a 800°C há uma expressiva perda de massa, cerca de 3,5% do total. Nessa faixa, ocorre a desidroxilação da caulinita, até uma temperatura aproximada de 600°C, onde o caulim reage e é transformado em metacaulinita. Essa reação pode ser observada na curva de DTG, onde há um pico exotérmico sobressalente. Por volta de 700°C ocorre a formação de TCF- β e cal a partir da degradação da hidroxiapatita presente no material. Em temperaturas superiores a 800°C, ainda há perda de massa, porém não tão expressiva, completando sua perda de, aproximadamente, 4% no total até a temperatura de 1200°C. A partir de 850°C a metacaulinita reagem com o óxido de cálcio liberado pela hidroxiapatita. Pode-se observar, também, pequenos picos exotérmicos na faixa de temperatura entre 800 e 950°C.

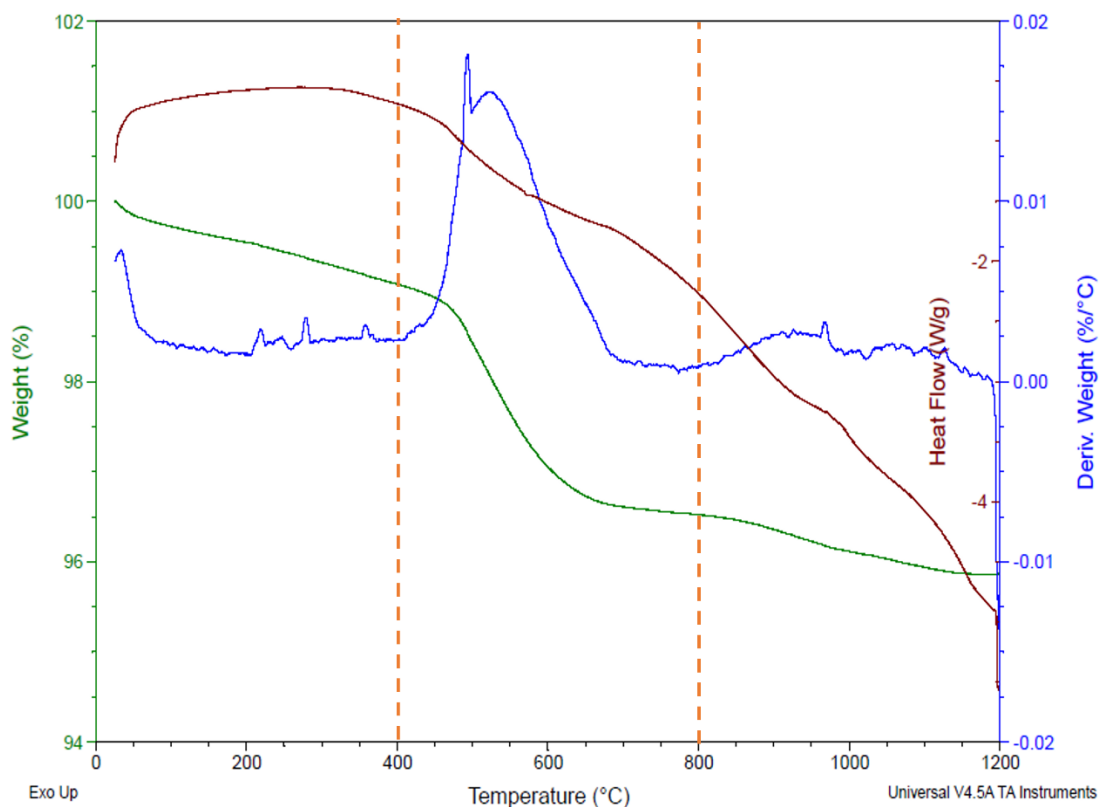


Figura 14 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 40% de COB, 30% de Caulinita e 30% de feldspato Potássico. Fonte: Do autor.

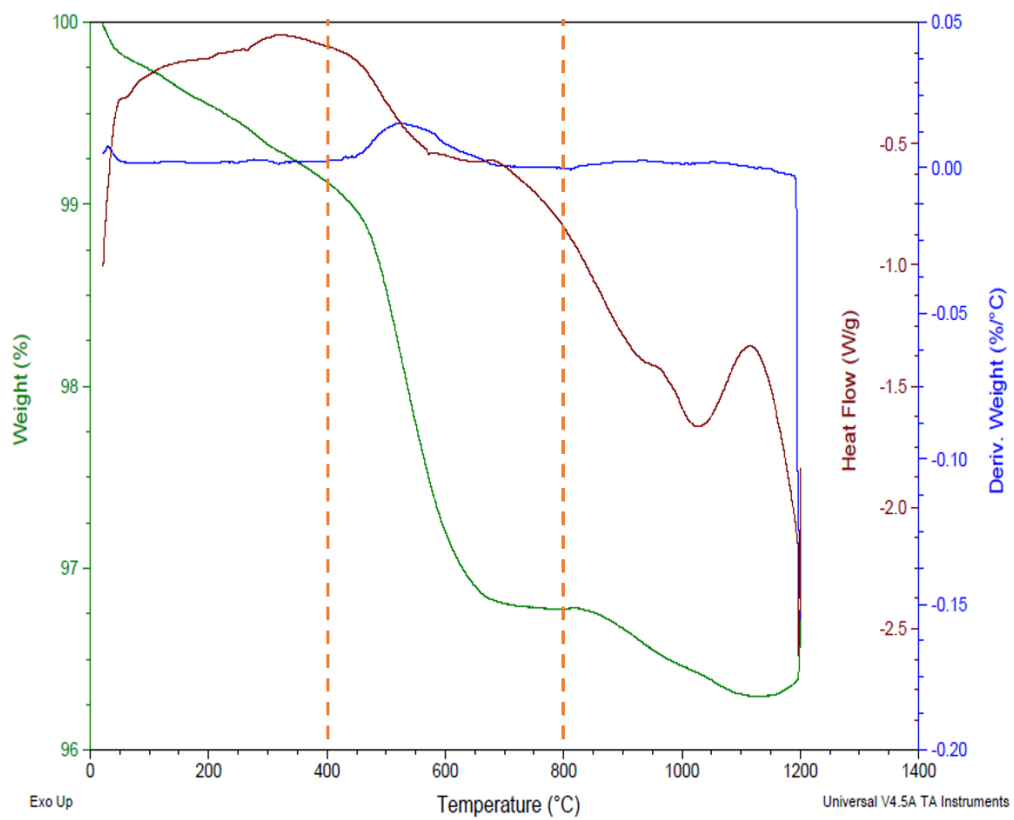


Figura 15 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 45% de COB, 27,5% de Caulinita e 27,5% de feldspato Potássico. Fonte: Do autor

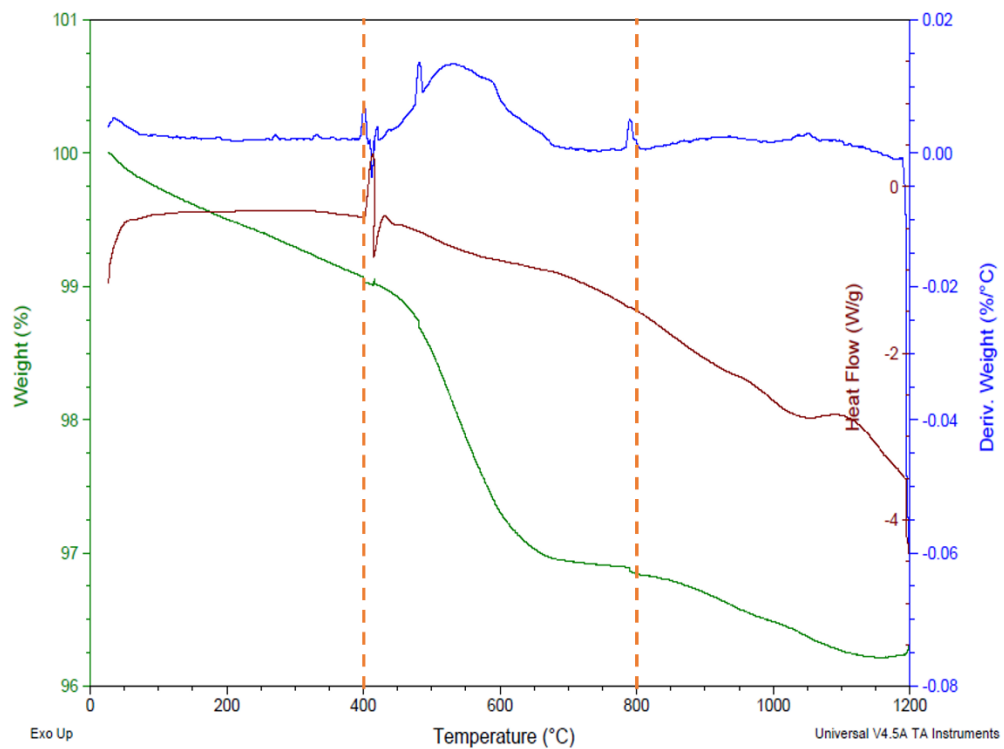


Figura 16 - Curvas de TG/DTG e DCS da FI, com 50% de COB, 25% de Caulinita e 25% de feldspato Potássico. Fonte: Do autor.

Na figura 17, são apresentadas as curvas de TG/DTG e DSC do COB, a partir dela, podemos entender melhor o seu comportamento durante a reação até a temperatura de 1200°C. Em temperaturas próximas de 100°C há diminuição da massa inicial, o que está relacionado perda de água e materiais voláteis fisicamente adsorvidos, identificadas na curva de TG. Os picos de reações endotérmicas, na faixa de temperatura até 150°C, presentes na curva de DTG complementam esta hipótese. A partir de 450°C até 1200°C ocorre a perda de massa do material está associada a eliminação de água estrutural e o ciclo de transformação de hidroxiapatita em TCF- β cal.

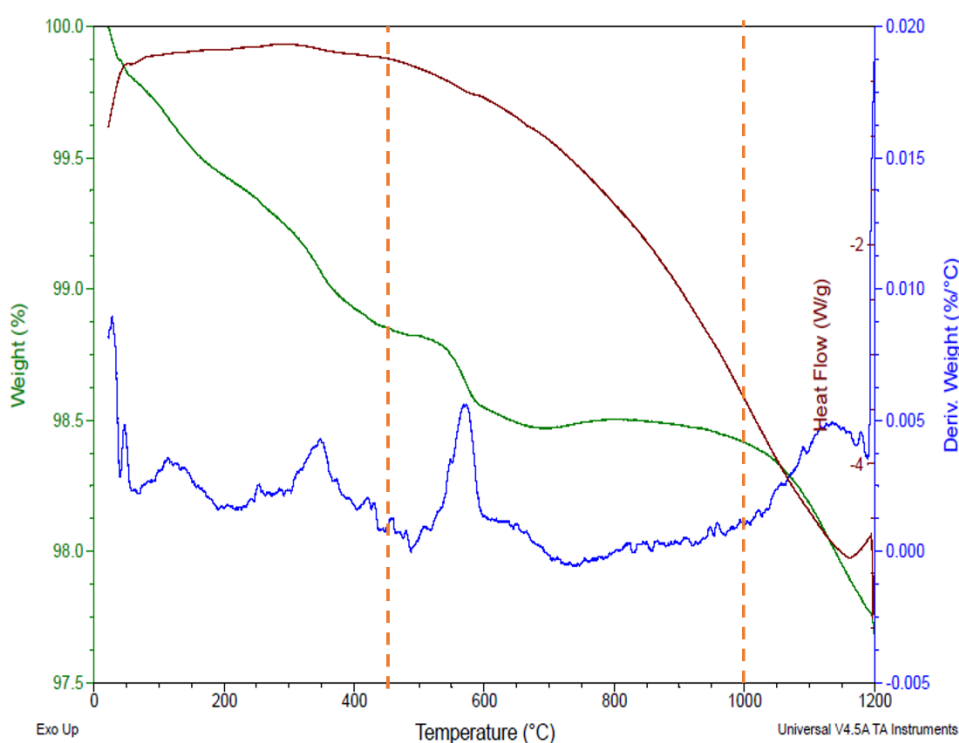


Figura 17 - Curvas de TG/DTG e DCS do COB. Fonte: Do autor

4.3. Propriedade tecnológicas

4.3.1. Retração Linear após Queima (RLQ)

Na figura 18, constam os dados da retração linear após a queima das diferentes formulações, FI, FII e FIII em temperaturas de queima a 1180, 1210, 1240 e 1270°C. Nota-se que, com o aumento da temperatura, ocorre uma diminuição constante da RLq da FI. Na FII, a um aumento da RLq a 1210°C e em seguida acompanhado de uma diminuição com o aumento da temperatura. Em FIII, há alternância entre redução e o aumento da RLq.

Guimarães (2015), fala sobre a importância da quantificação da retração linear, para que sejam previstos os tamanhos finais das peças, e acrescenta que, uma

retração menor é mais desejável por diminuir a possibilidades do surgimento de trincas e imperfeições. Com isso, os melhores resultados foram obtidos em FII a 1270°C, média de 4,597%, e FIII a 1240°C, média de 4,781%.

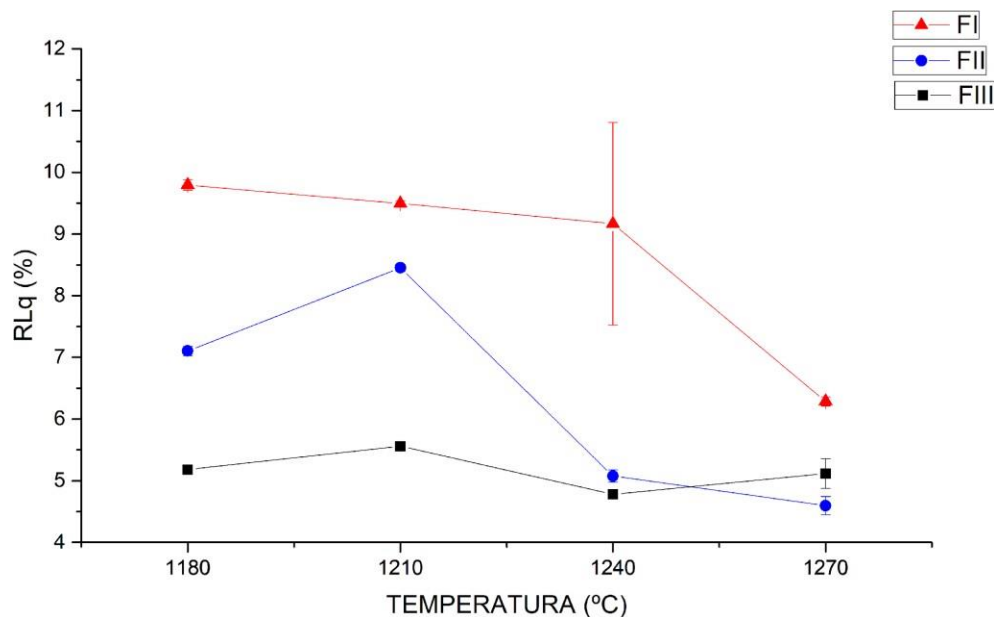


Figura 18 - RLq (%) x Temperatura (°C). Fonte: Do autor.

4.3.2. Densidade (D)

O comportamento da densificação do material após queima é mostrado na figura 19. Para FI, há uma diminuição da densidade com o aumento da temperatura. Em FII e FIII, ocorre um aumento em 1210°C seguido de diminuição da densidade na temperatura seguinte.

A densidade do material está associada diretamente com a porosidade presente no CP, quanto menor for o número de poros, maior será sua densidade e a resistência mecânica. (Guimarães, 2015).

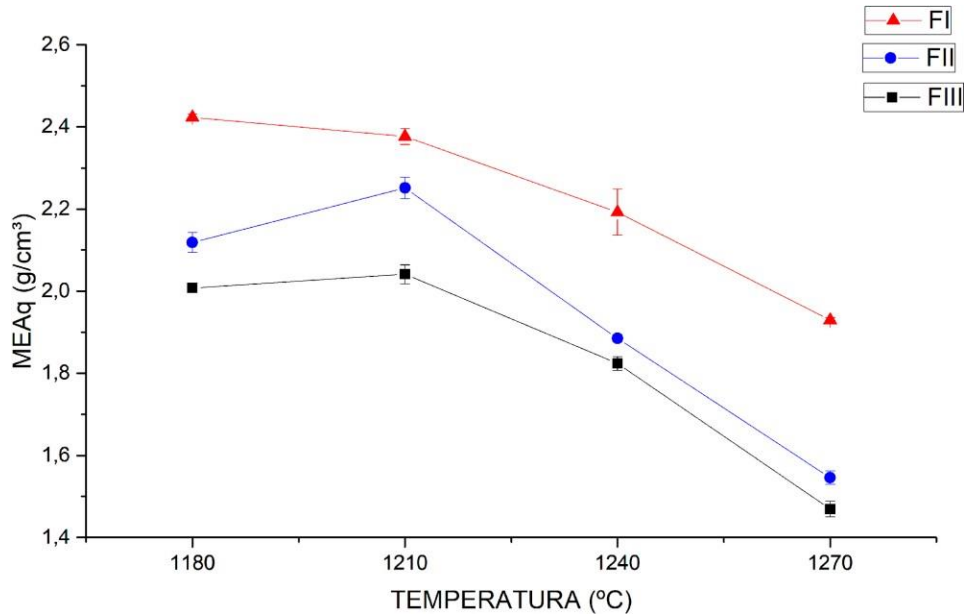


Figura 19 - MEAq (g/cm³) x Temperatura (°C). Fonte: Do autor.

4.3.3. Absorção de Água (AA)

A figura 20 mostra o comportamento das peças cerâmicas quando submergidas em água por 24h. Houve uma elevada absorção de água em algumas formulações, devido a propagação de trincas e eclosão e poros dos CPs quando submetidos a tratamento térmico. Imagens de algumas peças cerâmicas com problemas de processamento podem ser observadas no apêndice A nas peças de FIII tratadas a 1210, 1240 e 1270°C.

FI foi a que apresentou melhores resultados quando a AA%. A 1180°C, com média de 0,84% foi absorvido, a 1210°C foi de 1,34% de absorção, a 1240°C absorveu 0,36% e em 1270° teve média de 0,31%.

Em FII, a AA% decaiu de forma constante com o aumento da temperatura, com variação entre 0,96% e 0,58%, está sinterizada a 1270°C. Os CPs de FIII foram os que apresentaram maiores problema durante o processamento. Para as temperaturas de 1180, 1210, 1240 e 1280°C obtiveram uma média de 1,36%, 1,69%, 1,66% e 0,74%, respectivamente, de absorção de água.

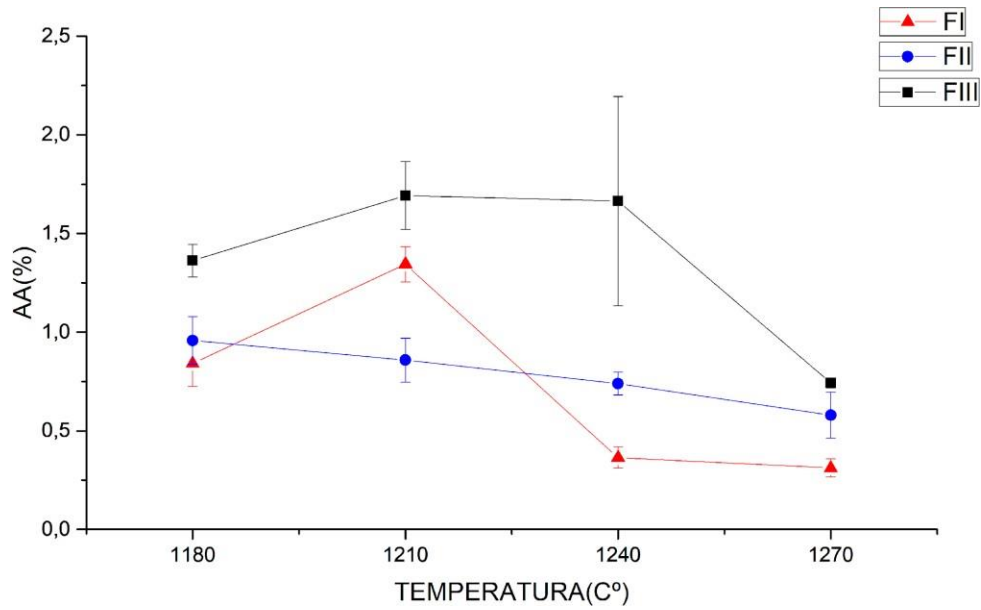


Figura 20 - AA (%) x Temperatura (°C). Fonte: Do autor.

4.3.4. Porosidade Aparente (PA)

A figura 21 mostra as informações sobre a porosidade aparente presentes nos CPs após a queima, com relação a diferentes formulações e queima e diferentes temperaturas. Sabe-se que, a capacidade do material em absorver água está ligada diretamente com a quantidade de porosidade presente na peça cerâmica, isso fica claro com a semelhança entre as figuras 20 e 21.

O melhor desempenho no teste de absorção de água da FII sinterizadas a 1240 e 1270°C é justificado com a baixa porcentagem de porosidade da peça cerâmica, com média de 0,84% e 0,65%, respectivamente.

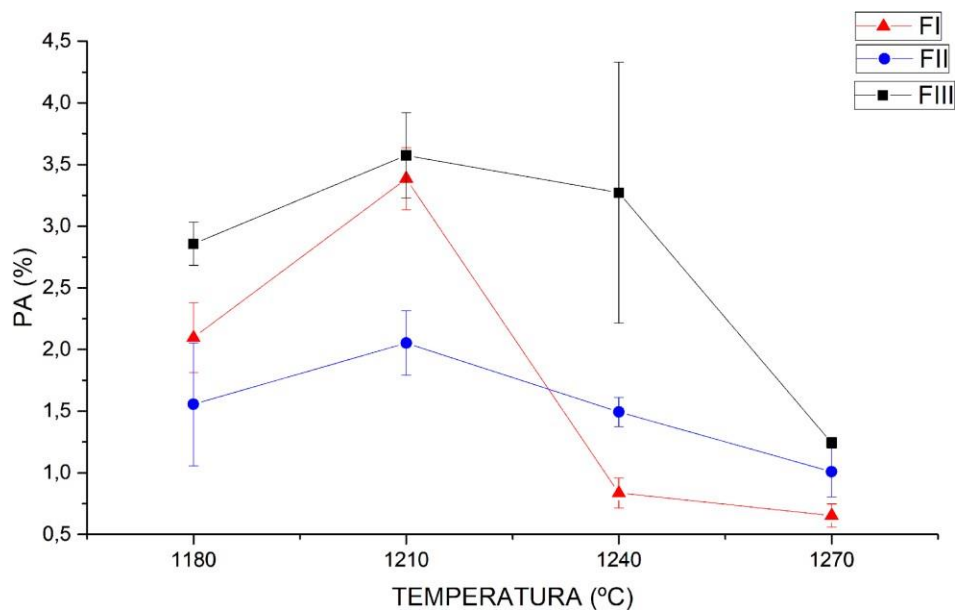


Figura 21 – PA (%) x Temperatura (°C). Fonte: Do autor.

4.3.5. Ensaio Mecânico

Na figura 22, é possível identificar a tensão de ruptura à flexão. Pode-se observar que a FI apresentou uma melhor resistência a flexão. Com tratamento térmico a 1180°C apresentou os melhores resultados, com 47,94MPa, a 1210°C 41,63MPa, a 1240°C 40,86Mpa e a 1270°C 37,52Mpa.

Bragança e Bergmann (2006) explicam a grande influência da presença do quartzo na formulação da massa cerâmica, afirmam que ocorre uma redução na TRF, quando utilizados passantes de 325 mesh, são reduzidos para valores em torno de 48MPa e, quando utilizado em passantes a 200 mesh, podem apresentar valores abaixo de 35MPa.

Além da presença de Quartzo na nossa amostra, o problema de processamento interferiu diretamente na tensão de ruptura à flexão.

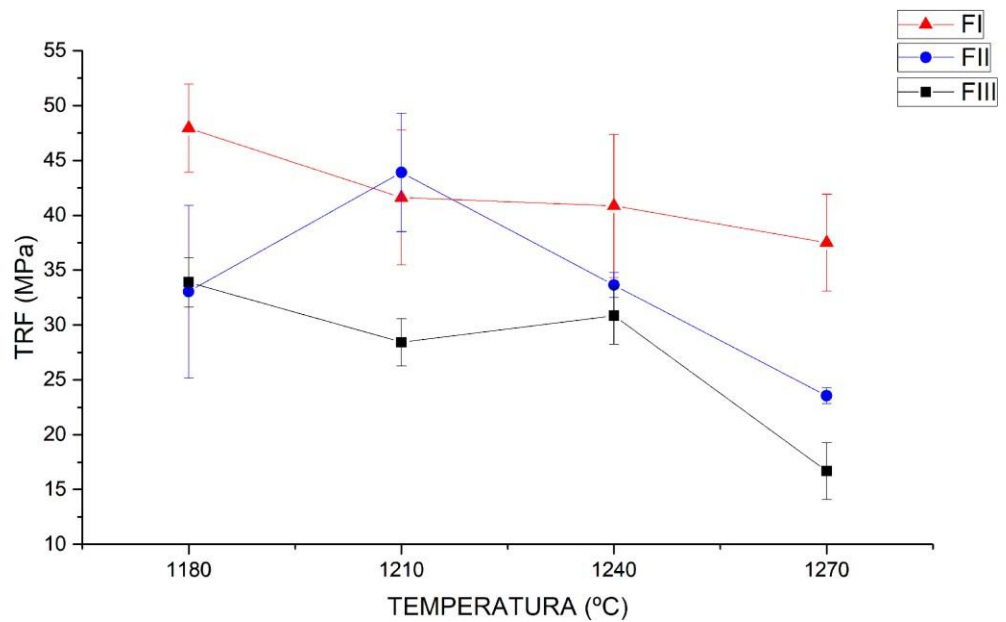


Figura 22 - TRF (MPa) x Temperatura (°C). Fonte: Do autor.

5. CONCLUSÃO

- Foi possível obter caulinita amazônica a partir da jazida em nas proximidades do km 50 BR 174. Os resultados de FRX e DRX atestam esse ponto.
- Foi possível produzir hidroxiapatita a partir da calcinação de osso bovino a 1000°C. A análise de fases do COB confere esta informação.
- A partir das análises térmicas, foi possível visualizar as reações químicas que ocorrem na massa cerâmica com as seguintes proporções: 40% de COB, 30% de feldspato e 30% de Caulinita (FI); 45% de COB, 27,5% de feldspato e 27,5% de Caulinita (FII) e 50% de COB, 25% de feldspato e 25% de Caulinita(FIII) e COB. A partir dos dados de TG/DTG e DSC entende-se melhor as transformações que ocorrem durante o processo de sinterização do material.
- Foi possível visualizar a AA%, RLq%, D% e PA% e entender mais da influência que os eventos ocorridos durante processamento ocasionaram na peça cerâmica.
- Foi possível produzir porcelana de osso com temperatura de queima variando entre 1180 e 1270°C nas formulações FI, FII e FIII.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALATRISTA, G. A. V. Preparação e estabilização de uma suspensão de porcelana de ossos - Dissertação de Mestrado em Engenharia - Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais São Paulo, 2008. DOI 10.11606/D.3.2008.tde-26092008-094912. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3133/tde-26092008-094912/pt-br.php>. Acesso em: 21 out. 2022.

BARBA, Antonio Barba et al. **Materias Primas para la Fabricación de Soportes de Baldosas Cerámicas** (Raw Materials for Manufacturing Floor and Wall Tiles). 2. ed. Castellón - Espanha: Instituto de Tecnología Cerámica, 2002. QualQ92 p. ISBN 8492317663. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/306077585_Materias_Primas_para_la_Fabricacion_de_Soportes_de_Baldosas_Ceramicas_Raw_Materials_for_Manufacturing_Floor_and_Wall_Tiles. Acesso em: 15 dez. 2022.

BARROS, F.D, LICCO, E.A. A reciclagem de resíduos de origem animal: uma questão ambiental. **Revista Nacional da Carne**, ano 2007, v. 31(365), p.166-172, 2007. Disponível em: <https://maua.br/files/artigos/a-reciclagem-de-residuos-de-origem-animal-uma-questao-ambiental.pdf>. Acesso em: 20 nov. 2022.

BRAGANÇA, S. R.; BERGMANN, C. P. Produção de Porcelana de Ossos e Caracterização de suas Propriedades Técnicas. *Cerâmica* v. 52 n. 322, p. 205 – 212 Jun. - 2006. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/NfVGZb8tzJdWgB9bdqfLy9M/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 06 jan. 2023.

BRAGANÇA, S.R; LENGLER, H.C. M; BERGMANN, C.P. Rocha com espudomênio como fundente para massas cerâmicas tradicionais. *Cerâmica*. 56, p. 297-299. 2010. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/4wP53M8hvfQhJYsWWqTQ4Kx/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 17 dez. 2022.

CASAGRANDE, Marcos Cardoso et al. Reaproveitamento de Resíduos Sólidos Industriais: Processamento e Aplicações no Setor Cerâmico. **Cerâmica Industrial**, ano 2008, v. 13, ed. 1, p. 34-42, janeiro 2008. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/587657347f8c9d6e028b4735/pdf/ci-13-1-587657347f8c9d6e028b4735.pdf>. Acesso em: 20 nov. 2022.

COOPER, J. J. Bone for Bone China. *British Ceramic Transactions*, ano 1995, n. 4, v. 94p. 165-168, May 1995.

CARUS, L A; BRAGANÇA, S R . Bone china formulated with waste glass. **Advances in Applied Ceramics**, v. 112, 2013, 169-175, DOI: 10.1179/1743676112Y.0000000065. Disponível em: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/1743676112Y.0000000065>. Acesso em: 22 nov. 2022.

CARÚS, Lauren Arrussul. **CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DE FORMULAÇÕES DE PORCELANA DE OSSOS, COM OS FUNDENTES FELDSPATO, ESPODUMÊNIO, WOLLASTONITA E VIDRO RECICLADO**. 2012. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, Porto Alegre - RS, 2012. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/67835>. Acesso em: 20 jan. 2023.

FILHO, Carlos Roberto Silva, SOLER, Fabricio Dorado. *Gestão de resíduos sólidos: o que diz a lei*, ed. 4, São Paulo: Trevisan Editora, 2019

FILHO, Gilberto Montibeller. *Ecodesenvolvimento e desenvolvimento sustentável: conceitos e princípios*. **TEXTOS DE ECONOMIA**, Florianópolis, SC, v. 4, ed. 1, 1 jan. 1993. Disponível em: <https://periodicos.ufsc.br/index.php/economia/article/view/6645>. Acesso em: 18 set. 2022.

GOUVÊA, D., BERNARD, S., ALATRISTA, G.A.V., TOFOLLI, S.M., Efeito da temperatura de calcinação nas propriedades de ossos bovinos para a fabricação de porcelana de ossos. Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, **Cerâmica**, v. 53, p. 423-428, Out/Dez 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/fKxKsmT6B9yNHXkLwYmj4Ld/?lang=pt>. Acesso em: 21 out. 2022.

GOUVÊA, D.; KANEKO, T.; KAHN, H., Uso de ossos bovinos calcinados como aditivo de sinterização na fabricação de porcelanas. Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, **Cerâmica**, v. 55, p. 252-256, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/TP3YvtLCDzFS79NhhqqBhRt/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 21 out. 2022

GUIMARÃES, K.L.M. *et al.* Caracterização Tecnológica de Cerâmica Branca com Adição de Ossos Bovinos. **Design & Tecnologia**, Rio Grande do Sul, v. 09, 2 jul. 2015. DOI <https://doi.org/10.23972/det2015iss09pp42-49>. Disponível em:

<https://www.ufrgs.br/det/index.php/det/article/view/261>. Acesso em: 22 out. 2022.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). Indicadores IBGE: Estatística da Produção Pecuária out.-dez. 2022. Disponível em: <https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/agricultura-e-pecuaria/21119-primeiros-resultados-2abate.html>. Acesso em: 01 fevereiro 2022.

IQBAL, Y.; LEE, W. E. Microstructural Evolution in Triaxial Porcelain. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 83, n. 12, p. 3121 - 3127, Dez. - 2000. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01692.x, Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/229733446_Microstructural_Evolution_in_Triaxial_Porcelain. Acesso em: 4 set. 2022.

LUZ, A. B. d.; LINS, F. F. Rochas & Minerais Industriais: Usos e Especificações. 2 ed. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral - CETEM, 2008. p. 720.

MIYAHARA, R. Y.; Gouvêa, D. ; Toffoli, S. M. Obtenção e caracterização de cinza de ossos bovinos visando à fabricação de porcelana de ossos - bone china - Revista Cerâmica.53 p. 234-239, 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/9Lc3CWxCBjwbYbWBS9C565p/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 15 jan. 2023.

MORELLI, Arnaldo C. e BALDO, João B. Barbotinas Cerâmicas Contendo Rejeito de Vidro Soda Cal Para Maturação em Baixa Temperatura. **Cerâmica Industrial**, v.8, p. 42-46, 2003. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/587657197f8c9d6e028b4696>. Acesso em: 17 dez. 2022.

MOTTA, J. F. M.; Zanardo A. e Marsis, C. J. As Matérias-Primas Cerâmicas Parte I: O Perfil das Principais Indústrias Cerâmicas e Seus Produtos. **Cerâmica Industrial**, 6 p.28-39, 2001. Disponível em: <https://ceramicaindustrial.org.br/journal/ci/article/5876570b7f8c9d6e028b4643>. Acesso em: 14 jan. 2023.

MUKHOPADHYAY, T.K.; GHOSH, S; GHATAK, S. Phase analysis and microstructure evolution of a bone china body modified with scrap addition. **Ceramic International**, v. 37. 2011 1615-1623. DOI:10.1016/j.ceramint.2011.01.038 Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/232390902_Phase_analysis_and_microstructure_evolution_of_a_bone_china_body_modified_with_scrap_addition. Acesso em: 21 out. 2022.

PIERRE, P. D. S. St. The Preparation of Dicalcium Phosphate Dihydrate and Calcium

Pyrophosphate. **Journal of the American Chemical Society**, [s. l.], v. 77, n. 8, p. 2197–2198, 1955. DOI <https://doi.org/10.1021/ja01613a050>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ja01613a050>. Acesso em: 16 out. 2022.

SANTOS, P. d. S. *Ciência e Tecnologia de Argilas: Edição Revisada e Ampliada*. 2 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1992.

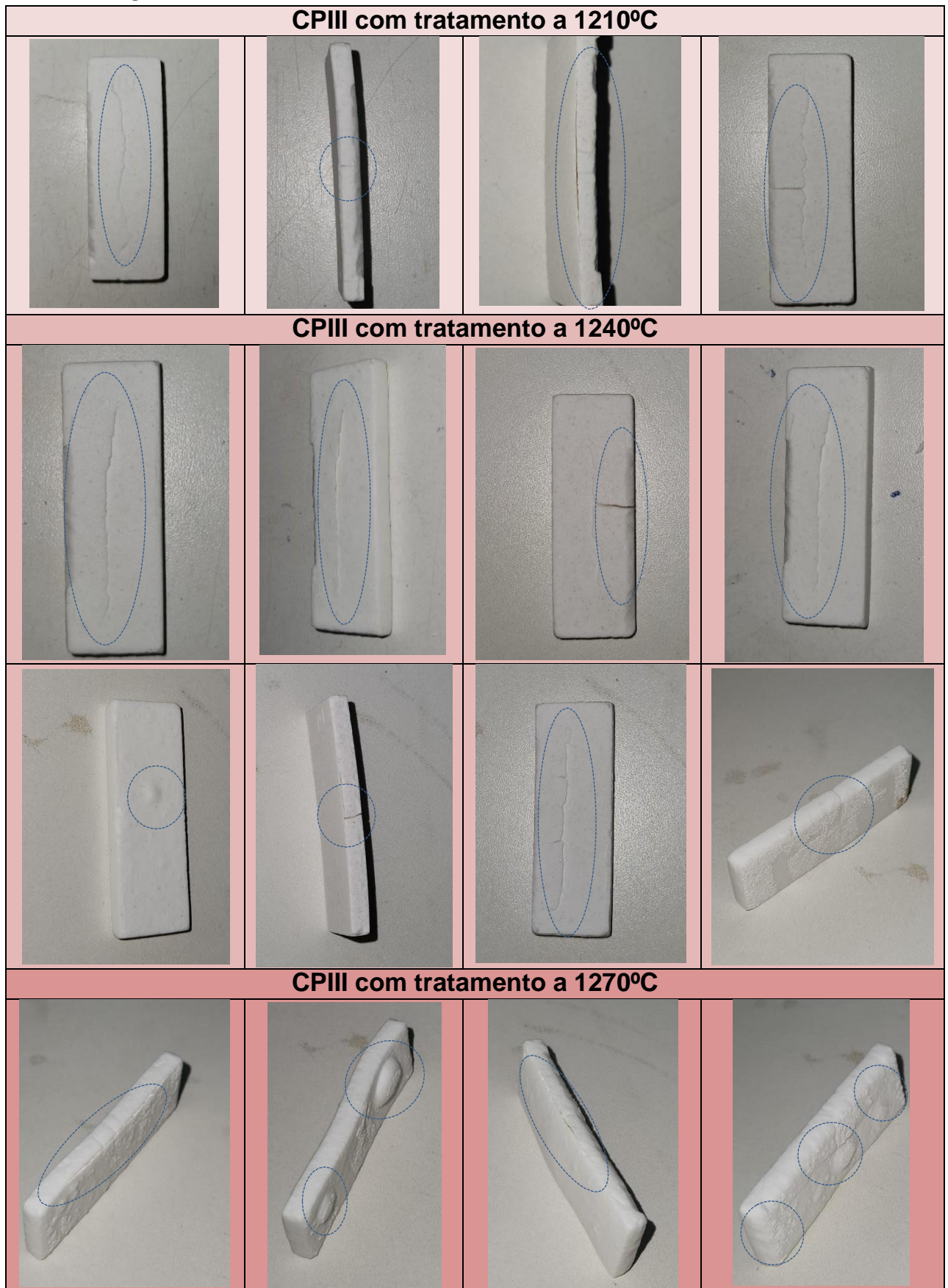
Santos, Ernélison Angly da Silva. **Síntese e caracterização de zeólita tipo A obtida a partir de caulim natural da Amazônia**. 2016. Dissertação (Mestrado) –Pós-graduação e Inovação Tecnológica, Programa de Pós-Graduação em Recursos Naturais da Amazônia, Universidade Federal do Oeste do Pará. Santarém, 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufopa.edu.br/jspui/handle/123456789/706>. Acesso em: 20 jan. 2023.

SILVA, Matheus Antônio da. **Estudo térmico e adsorptivo de argisolo caulínítico da região amazônica**. 2016. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós- Graduação em Química, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto, São José do Rio Preto, 2016. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/142867>. Acesso em: 20 jan. 2023.

TAYLOR, D. A Study of Some of the Changes in Bone China and Whiteware During Firing. *Transactions and Journal of the British Ceramic Society*, v. 78, n. 2, p. 43-47, - 1979.

WORRALL, W E. **Ceramic Raw Materials**. 2. ed. Londres: Pergamon, 1982. 116 p. ISBN 978-0-08-028711-9. DOI <https://doi.org/10.1016/C2013-0-03623-7>. Disponível em: <https://www.elsevier.com/books/ceramic-raw-materials/worrall/978-0-08-028711-9>. Acesso em: 22 out. 2022.

APÊNDICE A



Fonte: Do autor