

A FUSÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FRITAS PARA FABRICAÇÃO DE UMA  
VITROCERÂMICA FELDSPÁTICA REFORÇADA COM LEUCITA

Carla Napoli Barbato

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS  
PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

---

Prof. Tsuneharu Ogasawara, D.Sc.

---

Dr. João Alves Sampaio, D.Sc.

---

Prof. Maria Cecília Souza Nóbrega, D.Sc.

---

Prof. Wilson Acchar, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL  
FEVEREIRO DE 2007

BARBATO, CARLA NAPOLI

Fusão e Caracterização de Fritas para a  
Fabricação de Vitrocerâmica Feldspática  
Reforçada com Leucita [Rio de Janeiro] 2007

XVII, 73 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ,  
M.Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais,  
2007)

Dissertação – Universidade Federal do  
Rio de Janeiro, COPPE

1. Síntese de Vitrocerâmica.
2. Obtenção de Feldspato Contido nos  
Pegmatitos da Região Borborema-Seridó  
para Aplicação em Cerâmica Odontológica.

I. COPPE/ UFRJ II. Título (Série)

## DEDICATÓRIA

*À minha mãe (Giuseppina Napoli Barbato), a meu pai (Carlo Barbato), ao meu irmão (Carlo Barbato Júnior) e a minha irmã (Flávia Napoli Barbato Ferreira) pelo incentivo que nunca me faltou.*

## AGRADECIMENTOS

A minha família, principalmente ao meu pai (Carlo Barbato) e a minha mãe (Giuseppina Napoli Barbato), que sempre acreditaram na minha capacidade e me apoiaram e incentivaram nos momentos mais difíceis.

Agradeço as pesquisadoras Mônica Calixto de Andrade e Silvia Cristina Alves França, que com paciência e perseverança, motivaram o meu ingresso definitivamente na área de pesquisa. A elas a minha eterna gratidão pelo profissionalismo e, sobretudo, por acreditar na minha vocação pela pesquisa, um trabalho gratificante que me causa satisfação e entusiasmo.

A compreensão, o carinho e ajuda oferecida pelos meus amigos: Fernanda Arruda, Shirleny, Carol, Milena, Mônica Morroig, Fernanda Medeiros, Carla Coelho, Jefferson, Dani, Rui, Paulo Braga e Paulo Perdigão.

A realização desta tese foi possível com a ajuda do CETEM e da COPPE que forneceram as infra-estruturas fundamentais para a obtenção dos resultados contidos nesta dissertação.

Agradeço ao CETEM e a seus colaboradores pelo suporte laboratorial, pela ajuda financeira para as viagens de campos e pelas participações em congressos.

A paciência dos pesquisadores do Cetem: Paulo de Almeida Braga e a Silvia Alves França, que ajudaram no desenvolvimento do trabalho.

À bolsista de iniciação científica, Renata e ao aluno de doutorado, Vinícius Bemfica e aos auxiliares técnicos: Luis e Jackson pela ajuda nas atividades realizadas em laboratórios.

Essencial foi à ajuda dos auxiliares Gilvan e Ednaldo em todas as atividades realizadas na usina piloto e laboratórios do CETEM.

Agradeço ao engenheiro de Minas Marcelo Soares Bezerra, que propiciou a visita técnica aos pegmatitos da região Borborema-Seridó em companhia do geólogo Luiz Carlos Bertolino, que muito contribuiu nos estudos de caracterização dos pegmatitos.

Agradeço a ajuda dos meus orientadores Tsunerahu Ogasawara e João Alves Sampaio na elaboração, desenvolvimento e execução dos trabalhos da tese.

Sou grata pelo auxílio oferecido pelo CNPq e pela FAPERJ que financiaram o projeto Pronex de Cerâmicas Dentais (processo E-26/171.204/2003), no qual se insere esta pesquisa de mestrado.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como Parte dos Requisitos Necessários para a Obtenção do Grau de Mestre em Ciências (M.Sc).

## FUSÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FRITAS PARA A FABRICAÇÃO DE VITROCERÂMICA FELDSPÁTICA REFORÇADA COM LEUCITA

Carla Napoli Barbato

Fevereiro/2007

Orientadores: Tsuneharu Ogasawara

João Alves Sampaio

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

No Brasil, as principais fontes comerciais de feldspato são os pegmatitos, que são rochas de composição basicamente graníticas. Os pegmatitos da região Borborema-Seridó, localizados nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, são constituídos basicamente por minerais de quartzo, feldspato, mica, caulim, entre outros. O principal processo de beneficiamento dos pegmatitos é a flotação, que proporciona a separação, em escala industrial, dos minerais (feldspato, quartzo e mica) com descarte das impurezas, como os minerais de ferro. Na etapa de flotação, foi utilizado como coletor o Lilafлот 811 M para a remoção dos minerais de quartzo e muscovita. O concentrado de feldspato obtido foi utilizado na produção de uma vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita, com a seguinte composição química (% em peso): 56,5 de SiO<sub>2</sub>, 20 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 11,2 de K<sub>2</sub>O, 0,1 de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,1 de CAo, 10,5 de Na<sub>2</sub>O e 0,7 de CeO<sub>2</sub>. A fusão da frita foi feita em cadinho de alumina, em forno mufla, nas temperaturas: 1.200, 1.300 e 1.400°C, seguida de choque térmico em água e moagem. As técnicas utilizadas na caracterização da frita foram: análise térmica (DTA/TGA) e difração de raios-X (DRX). As amostras de pó de frita foram prensadas e sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C para obtenção de uma pastilha, que foi submetida ao processo de prensagem a quente, com a finalidade de obter as vitrocerâmicas. A formação de leucita, na etapa de sinterização e de prensagem a quente, pôde ser comprovada pela análise de difração de raios-X e pela microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Abstract of Dissertation Presented to COPPE/UFRJ as a Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of Master of Science (M.Sc)

MELTING AND CHARACTERIZATION OF FRITS FOR MAKING LEUCITE  
REINFORCED FELDSPATHIC GLASS-CERAMICS

Carla Napoli Barbato

February/2007

Advisors: Tsuneharu Ogasawara

João Alves Sampaio

Department: Metallurgical and Materials Engineering.

In Brazil, the main commercial sources of feldspar are the pegmatites that are in composition the basically granitic rocks. The pegmatites of the Borborema-Seridó's area, located in the States of Paraíba and Rio Grande do Norte, are constituted basically by minerals of quartz, feldspar, mica, kaolin, among others. The main process of improvement of the pegmatites is the flotation, which provides the separation in industrial scale of the minerals: feldspar, quartz and mica with discard of the sludges as the minerals of iron. In the flotation stage, it was used as collector Lilafлот 811 M for the removal of the minerals of quartz and muscovite. The concentrate of obtained feldspar was used in the production of a leucite reinforced feldspathic glass-ceramic with the following chemical composition (% in weight): 56.5 of  $\text{SiO}_2$ , 20 of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 11.2 of  $\text{K}_2\text{O}$ , 0.1 of  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 0.1 of  $\text{CaO}$ , 10.5 of  $\text{Na}_2\text{O}$  and 0.7 of  $\text{CeO}_2$ . The melting process was run in alumina crucible and muffle furnace in the temperatures: 1,200; 1,300 and 1,400°C, followed by thermal shock in water, grinding. The techniques used in the characterization of the frits were: thermal (DTA) analysis and ray-X diffraction. The samples of frits powder were pressed and sintered to form tablets, which were submitted to injection molding at high temperatures (900°C; 1,000 e 1,100°C) with the purpose of obtaining the shaped glass-ceramic piece. The formation of leucite, in the sintering and of heat pressing stages were determined by using: ray-X diffraction and scanning electron microscopy.

## ÍNDICE

Índice de Figuras	x
Índice de Tabelas	xv
Índice de Símbolos e Abreviaturas	xvii
I. Introdução	1
II. Revisão Bibliográfica	2
II.1. Aproveitamento de Feldspatos Contidos em Pegmatito da Região Borborema-Seridó	2
II.1.1. Depósitos e Oferta Mundial de Feldspatos	3
II.1.2. Pegmatito da Região Borborema-Seridó	5
II.1.3. Processos de Beneficiamento do Pegmatito	7
II.1.4. Usos Industriais dos Feldspatos	14
II.2. Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	15
II.2.1. Prensagem a Quente	20
III. Materiais e Métodos	22
III.1 Aproveitamento de Feldspato Contido em Pegmatito da Região Borborema-Seridó para Aplicação em Cerâmica Odontológica	23
III.1.1. Preparação da Amostra Original	22
III.1.2. Caracterização da Amostra Original	24
III.1.3. Curva de Moagem	25
III.1.4. Determinação Experimental do Índice de Trabalho (WI)	25
III.1.5. Ensaio de Beneficiamento	26

III.2. Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	28
III.2.1. Fritas	28
III.2.2. Sinterização das Fritas	29
III.2.3. Obtenção das Vitrocerâmicas	29
III.2.4. Técnicas de caracterização	31
III.2.5. Determinação da Quantidade de Leucita	32
IV. Resultados e Discussões	34
IV.1. Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)	34
IV.1.1. Caracterização da Amostra Original	34
IV.1.2. Curva de Moagem	37
IV.1.3. Determinação do Índice de Trabalho (WI)	38
IV.1.4. Ensaio de Beneficiamento	41
IV.2. Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	50
IV.2.1. Caracterização das Fritas	50
IV.2.2. Sinterização das Fritas	53
IV.2.3. Caracterização das Vitrocerâmicas Feldspáticas Reforçadas com Leucita	61
V. Conclusões	64
V.1. Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)	64
V.2. Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	64
VI. Trabalhos Futuros	66
VI.1. Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)	66
VI.2. Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	66

Glossário	67
Referências Bibliográficas	69
Anexos	73

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura II.1.1.</b>	Diagrama ilustrativo dos produtos comerciais de feldspatos, série plagioclásios.	2
<b>Figura II.1.2.</b>	Constituintes mineralógicos mais importantes dos pegmatitos da região Borborema-Seridó. Em (A) quartzo e feldspato, em (B) feldspato e turmalina (pontos escuros) e em (C.1 e C.2) quartzo, feldspato e mica.	6
<b>Figura II.1.3.</b>	Diagrama de fluxo das etapas de beneficiamento da rocha pegmatítica proveniente de Capelinha – MG	9
<b>Figura II.1.4.</b>	Fluxograma típico de beneficiamento de pegmatito.	12
<b>Figura II.2.1.</b>	Desenho representativo da prensa pneumática para prensagem a quente.	21
<b>Figura III.1.1.</b>	Em (1) o britador de mandíbulas e em (2) o britador de rolos do CETEM utilizados na etapa de preparação das amostras.	22
<b>Figura III.1.2.</b>	Pilha prismática de homogeneização da amostra global com granulometria abaixo de 2,38 mm.	23
<b>Figura III.1.3.</b>	Diagrama de fluxo das etapas de preparação das amostras de pegmatitos da região Boroborema-Seridó.	23
<b>Figura III.1.4.</b>	Diagrama de fluxo das etapas de beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).	26
<b>Figura III.2.1.</b>	Em (A) o modelo de cera e em (B) o conjunto de embutimento: (1) anel estabilizador, (2) base de <i>sprue</i> (com o modelo em cera) e (3) anel nivelador.	31
<b>Figura III.2.2.</b>	Forno Ceram Press da NEY do laboratório de cerâmica dental PEMM/COPPE.	31

<b>Figura III.2.3.</b>	Curva de calibração utilizada para determinar a quantidade de leucita das fritas sinterizadas e das vitrocerâmicas.	33
<b>Figura IV.1.1.</b>	Difratograma de raios-X da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó.	34
<b>Figura IV.1.2.</b>	Fotomicrografia com luz polarizada em (A) os minerais de feldspato, quartzo e muscovita e em (B) os minerais muscovita e granada.	35
<b>Figura IV.1.3.</b>	Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN) das frações retidas em: (A) 0,417 mm, (B) 0,295 mm e (C) 0,208 mm.	37
<b>Figura IV.1.4.</b>	Curva de moagem da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (abertura das peneiras em mm).	37
<b>Figura IV.1.5.</b>	Curva de distribuição granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em Moinho Bond para determinação do WI.	40
<b>Figura IV.1.6.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 1 de beneficiamento).	42
<b>Figura IV.1.7.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 2 de beneficiamento).	42
<b>Figura IV.1.8.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 3 de beneficiamento).	43
<b>Figura IV.1.9.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 4 de beneficiamento).	43

<b>Figura IV.1.10.</b>	Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados <i>rougher</i> , <i>scavenger</i> e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4.	45
<b>Figura IV.1.11.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 5 de beneficiamento).	46
<b>Figura IV.1.12.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 6 de beneficiamento).	47
<b>Figura IV.1.13.</b>	Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados <i>rougher</i> , <i>scavenger</i> e produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 5 e 6.	48
<b>Figura IV.1.14.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 7 de beneficiamento).	49
<b>Figura IV.1.15.</b>	Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos <i>rougher</i> e <i>scavenger</i> (ensaio 8 de beneficiamento).	49
<b>Figura IV.2.1.</b>	Difratogramas de raios-X das fritas FA3_1200, FU3_1200, FA2_1300 e FA2_1400.	50
<b>Figura IV.2.2.</b>	Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TG) da frita FA3_1200 e em (B) difratograma de raios-X da frita FA3_1200, sinterizada na temperatura de 800°C.	51
<b>Figura IV.2.3.</b>	Representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TG) da frita FU3_1200.	51

<b>Figura IV.2.4.</b>	Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TG) da frita FA2_1300 e em (B) difratograma de raios-X da frita FA2_1300, sinterizada na temperatura de 460°C.	52
<b>Figura IV.2.5.</b>	Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TG) da frita FA2_1400 e em (B) difratogramas de raios-X da frita FA2_1400, sinterizada nas seguintes temperaturas: 460, 884 e 1033°C.	53
<b>Figura IV.2.6.</b>	Difratogramas de raios-X da frita em (A) FA3_1200 e em (B) FU_1200, sinterizadas a 900°C, 1.000°C e 1.100 °C.	53
<b>Figura IV.2.7.</b>	Difratogramas de raios-X da frita em (A) FA2_1300 e em (B) FA2_1400, sinterizadas a 900°C, 1.000°C e 1.100 °C.	54
<b>Figura IV.2.8.</b>	Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA3_1200 :em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C.	56
<b>Figura IV.2.9.</b>	Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FU3_1200 :em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C	57
<b>Figura IV.2.10.</b>	Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA2_1300: em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C	58
<b>Figura IV.2.11.</b>	Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA2_1400: em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C	59
<b>Figura IV.2.12.</b>	Difratogramas de difração de raios-X do processo de prensagem a quente das seguintes fritas: FA3_1200 (A) e FU3_1200 (B), sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.	62

**Figura IV.2.13.** Difratoformas de difração de raios-X do processo de prensagem a quente das seguintes fritas: FA2\_1300 (A) e FA2\_1400 (B), 62 sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela II.1.1.</b>	Composição química típica (%) dos feldspatos.	3
<b>Tabela II.1.2.</b>	Condições experimentais para a flotação da mica, minerais de ferro e feldspato.	10
<b>Tabela II.1.3.</b>	Especificações comerciais genéricas de feldspato para vidros e porcelanas.	14
<b>Tabela II.2.1.</b>	Posições dos picos de leucita tetragonal e cúbica num difratograma de raios-X, quando se utiliza a radiação $\text{CuK}\alpha$ .	17
<b>Tabela II.2.2.</b>	Condições da prensagem a quente para o sistema IPS Empress e Optimal Pressable Ceramic.	20
<b>Tabela III.1.1.</b>	Condições operacionais e sistemas de reagentes do processo de flotação.	27
<b>Tabela III.2.1.</b>	Composições químicas (% em peso) dos feldspatos da Armil, Ubaeira e das fritas, bem como suas condições de preparo.	28
<b>Tabela III.2.2.</b>	Quantidade de matéria-prima (% em peso) utilizada na produção de frita.	29
<b>Tabela III.2.3.</b>	Composição química dos padrões da curva de calibração para determinar a quantidade de leucita das fritas sinterizadas e das vitrocerâmicas.	32
<b>Tabela IV.1.1.</b>	Composição química da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).	35
<b>Tabela IV.1.2.</b>	Composição química e distribuição por fração granulométrica da amostra original.	36
<b>Tabela IV.1.3.</b>	Resultados da análise granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em moinho Bond para determinação do WI.	39

<b>Tabela IV.1.4.</b>	Composição química da amostra original e dos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento..	41
<b>Tabela IV.2.1.</b>	Quantidade de leucita (% peso), determinada pelo método do padrão interno das fritas FA3_1200, FU3_1200, FA2_1300 e FA2_1400, sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.	55

## ÍNDICE DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

$A_{80}$  Abertura da peneira pela qual passou 80% da massa da alimentação

DRX Difração de raios-X

DTA Análise térmica diferencial

$I_{100}$  Pico de maior intensidade num difratograma de raios-X

MEV Microscopia eletrônica de varredura

Mob Índice de moabilidade

$P_{80}$  Abertura da peneira pela qual 80% da massa do produto

TGA Termogravimetria

WI Índice de trabalho

$\alpha$  Coeficiente de expansão térmica

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO

Cerâmica é um composto inorgânico com propriedades tipicamente não metálica, de composição variável e estrutura complexa e é preparada em elevadas temperaturas. É utilizada na produção de utensílios domésticos, blindagens militares, supercondutores, restaurações dentárias, entre outros.

Materiais cerâmicos são utilizados em restaurações dentárias por possuírem características estéticas semelhantes ao dente natural, alta resistência à degradação química na cavidade bucal e, principalmente por serem biocompatíveis.

Muitas das cerâmicas dentárias são vitrocerâmicas, isto é, possuem uma fase constituída por grãos finos e policristalinos envolvidos por uma matriz vítrea (GORMAN *et al.*, 2003). As fases cristalinas numa vitrocerâmica podem ser: apatita, dissilicato de lítio, mica, leucita, entre outros.

As vitrocerâmicas feldspáticas reforçadas com leucita utilizam o feldspato como matéria-prima básica. No Brasil, a principal fonte comercial de feldspato são os pegmatitos que podem ser encontrados na região Borborema-Seridó, localizada nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte.

No mercado brasileiro, atualmente, as vitrocerâmicas para fins odontológicos, utilizam matérias-primas importadas como, por exemplo: *Optimal Pressable Ceramic* (OPC), *IPS Empress*, entre outras. Além disso, há poucas pesquisas sendo desenvolvidas sobre materiais cerâmicos para restaurações dentárias que utilizam matéria-prima nacional.

Por este motivo há necessidade de desenvolver um processo de obtenção de vitrocerâmica utilizada em restaurações dentárias com matérias-primas nacionais. Desta forma, são necessárias pesquisas desde a lavra dos minerais básicos, seu beneficiamento / purificação até à produção de cerâmicas odontológicas.

Dentro deste contexto, o presente trabalho teve por finalidade estudar um processo de obtenção de uma vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita utilizando os feldspatos contidos nos pegmatitos da região Borborem-Seridó.

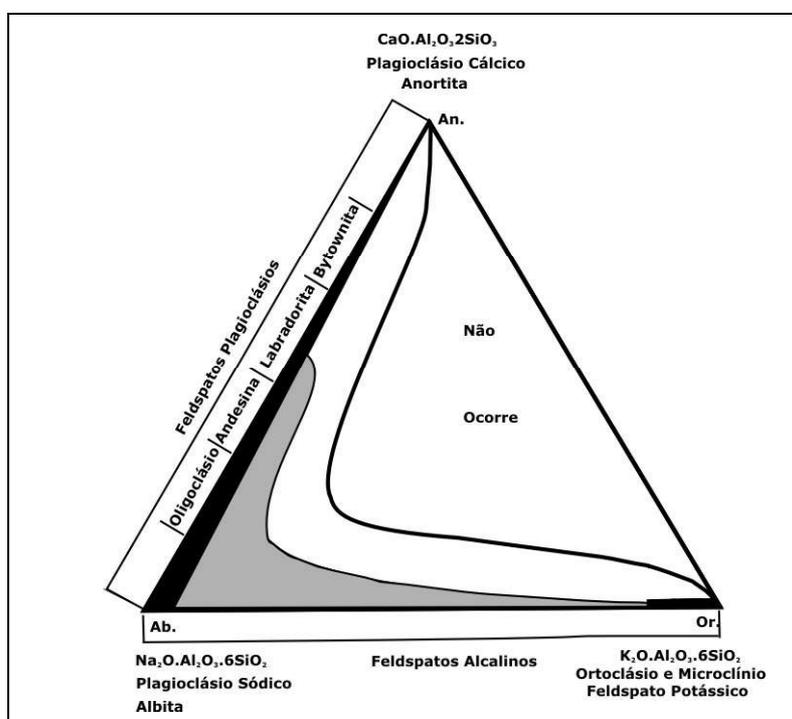
## CAPÍTULO II

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### II.1- Aproveitamento de Feldspatos Contidos em Pegmatito da Região Borborema-Seridó

Os feldspatos constituem os grupos de minerais mais abundantes na crosta terrestre (cerca de 60%) e compreendem os silicatos de alumínio combinados com sódio, potássio, cálcio e, eventualmente, bário. Os principais minerais são: ortoclásio/microclínio ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ), albita ( $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ ) e anortita ( $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ).

As composições dos feldspatos podem ser caracterizadas por um diagrama ternário (Figura II.1.1), composto por ortoclásio, anortita e albita. Os feldspatos, cuja composição química varia entre sódio e potássio, são ditos alcalinos, enquanto aqueles cuja composição varia entre sódio e cálcio são ditos calco-sódicos ou feldspatos plagioclásios. Na Tabela II.1.1 consta a composição química dos principais feldspatos (KAUFFMAN e DYK, 1994).



Fonte: KAUFFMAN e DYK, 1994.

Figura II.1.1 - Diagrama ilustrativo dos produtos comerciais de feldspatos, série plagioclásios.

Tabela II.1.1 - Composição química típica (%) dos feldspatos.

Feldspato	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
Microclínio	16,9	-	-	18,4	64,7
Ortoclásio	16,9	-	-	18,4	64,7
Albita	-	11,8	-	19,4	38,8
Anortita	-	-	20,1	36,6	43,3

Fonte: KAUFFMAN e DYK, 1994.

As características básicas dos feldspatos estão relacionadas a seguir:

- (i) densidade - 2,54 a 2,76;
- (ii) cores - branco, cinza, róseo;
- (iii) dureza - 6 a 6,5 (escala Mohs);
- (iv) sistema de cristalização - monoclinico, triclínico;
- (v) aspecto ótico - translúcido e transparente (menos freqüente);
- (vi) clivagem - perfeita em duas direções formando ângulos de 90°C ou próximo deste valor.

O aspecto ótico e as cores decorrem da existência de grandes volumes vazios em sua estrutura, o que permite a ocorrência de vários elementos nestes sítios. Como, geralmente, a cor de cada feldspato numa rocha é constante, este é um bom critério para indicação do tipo de mineral existente. Os potássicos (ortoclásios) costumam ser róseos e os cálcicos ou sódicos (plagioclásios) brancos.

Os feldspatoídes são aluminossilicatos de potássio, sódio e cálcio. O conteúdo de sílica faz a diferença química entre feldspatos e feldspatoídes, os quais contêm cerca de dois terços de sílica a menos que os feldspatos alcalinos e, por isso, tendem a formar soluções ricas em álcalis, especificamente, em sódio e potássio. Os grupos dos feldspatoídes incluem: nefelina sienito, leucita, sodalita, cancrinita, entre outros.

### II.1.1- Depósitos e Oferta Mundial de Feldspatos

A principal fonte de feldspato está situada nos pegmatitos, que são rochas de composição basicamente granítica (quartzo-feldspato-mica), de granulação geralmente grossa, muitas vezes exibindo cristais gigantes, encaixados em estruturas lineares de rochas metamórficas, geralmente de idade pré-cambriana, com veios ou lentes de formas e tamanhos variados. Os pegmatitos constituem a maior fonte, em termos mundiais, de alguns metais raros, particularmente tântalo, além de serem importantes depósitos de berílio, estanho, lítio, mica, gemas coradas, feldspatos,

caulim, quartzo, entre outros (LUZ *et al.*, 2003). Seus principais depósitos no Brasil, encontram-se na província Borborema-Seridó (Nordeste) e na província Oeste (estado de Minas Gerais) (MOTTA *et al.*, 2002).

Além dos pegmatitos existem outras fontes de feldspato: alaskitos, granitos, nefelina sienito, aplitos, areia feldspática e filitos (LUZ e COELHO, 2005).

Alaskitos são rochas cuja composição mineral é formada por 45% de plagioclásio, 25% de microclínio e 10% de muscovita. Pode haver variação nestas proporções, principalmente na diminuição do conteúdo de microclínio e muscovita que podem até desaparecer. É comum ter como minerais acessórios a granada, a biotita e a apatita, e em menor quantidade, o berilo, a turmalina e o epidoto (MORAES e HECHT, 1997).

Granitos são rochas constituídas pelos seguintes minerais: quartzo, feldspato e mica. Pode conter de 50 a 70% de feldspato alcalino, porém é raramente lavrado pelo seu conteúdo em feldspato (LUZ e COELHO, 2005).

Nefelina sienito é uma rocha ígnea similar a um granito, sem quartzo e com predominância de feldspatos (microclínio e albita), feldspatoídes (nefelina, sodalita), dolomita, monazita/zirconita e minerais portadores de ferro (SAMPAIO e FRANÇA, 2005).

Depósito de areias de praia, de rio ou de dunas podem conter quantidades de feldspatos passíveis de serem aproveitadas economicamente. No Brasil, nos municípios de Seropédica e Itaguaí; RJ, ocorrem depósitos de areia feldspática com cerca de 25% de feldspatos potássicos e sódicos (LUZ e COELHO, 2005).

Aplitos são aqueles cuja mineralogia é desenvolvida com base em magmas residuais, normalmente associados a pegmatitos. São intrusões relativamente homogêneas, estreitas e que possuem como principais minerais acessórios: granada, zircão e turmalina. Sua textura é variável e sua origem está provavelmente ligada a alterações magmáticas superpostas ao feldspato de granulometria grossa. As rochas que constituem este tipo de depósito são típicas hospedeiras de minerais de titânio (MORAES e HECHT, 1997).

O filito é uma rocha metamórfica de granulação fina constituída por caulinita, sericita e quartzo. Um dos principais usos do filito é na indústria cerâmica, empregado como fundente (LUZ e COELHO, 2005).

No Brasil, as reservas de feldspato oficialmente conhecidas estão na ordem de 301,7 milhões de toneladas, distribuídas entre os estados de Minas Gerais, São Paulo, Bahia, Ceará, Paraíba, Paraná, Pernambuco, Rio de Janeiro, Rio Grande do Norte e Santa Catarina. A produção mundial de feldspato, em 2005, atingiu 11,5 milhões de

toneladas e os maiores produtores foram: Itália (21,7%), Turquia (17,4%), Tailândia (8,7%), Estados Unidos (6,6%) e França (5,7%) (JESUS, 2006).

### **II.1.2.- Pegmatito da Região Borborema-Seridó**

A província pegmatítica da região Borborema–Seridó localiza-se nos estados da Paraíba e do Rio Grande do Norte. Cerca de quatrocentos corpos pegmatíticos encontram-se encaixados em micaxistos, quartzitos e gnaisses do Grupo Seridó e, em proporções bem menores, nos gnaisses e migmatitos do complexo gnáissico–migmatítico. Os pegmatitos, na maioria, são mineralizados em tantalita/columbita e berílio, entre outros.

Além da tantalita/columbita e do berílio, a província é produtora de cassiterita, turmalinas, águas-marinhas, espodumênio, micas, feldspato, quartzo, caulim, entre outros.

No pegmatito localizado no município de Currais Novos (mineração Ubaeira), são encontrados os seguintes minerais: quartzo, feldspato, mica e, eventualmente, a tantalita, aparentemente sem valor comercial. A Figura II.1.2 ilustra a ocorrência desses minerais. O quartzo, apesar de ser abundante, não ocorre em cristais bem definidos, distribui-se ao longo de todo o pegmatito, intercrescido com feldspatos e micas ou formando massas volumosas que constituem os núcleos. Possui uma grande variação de cores, entretanto predomina a cor branca-leitosa.

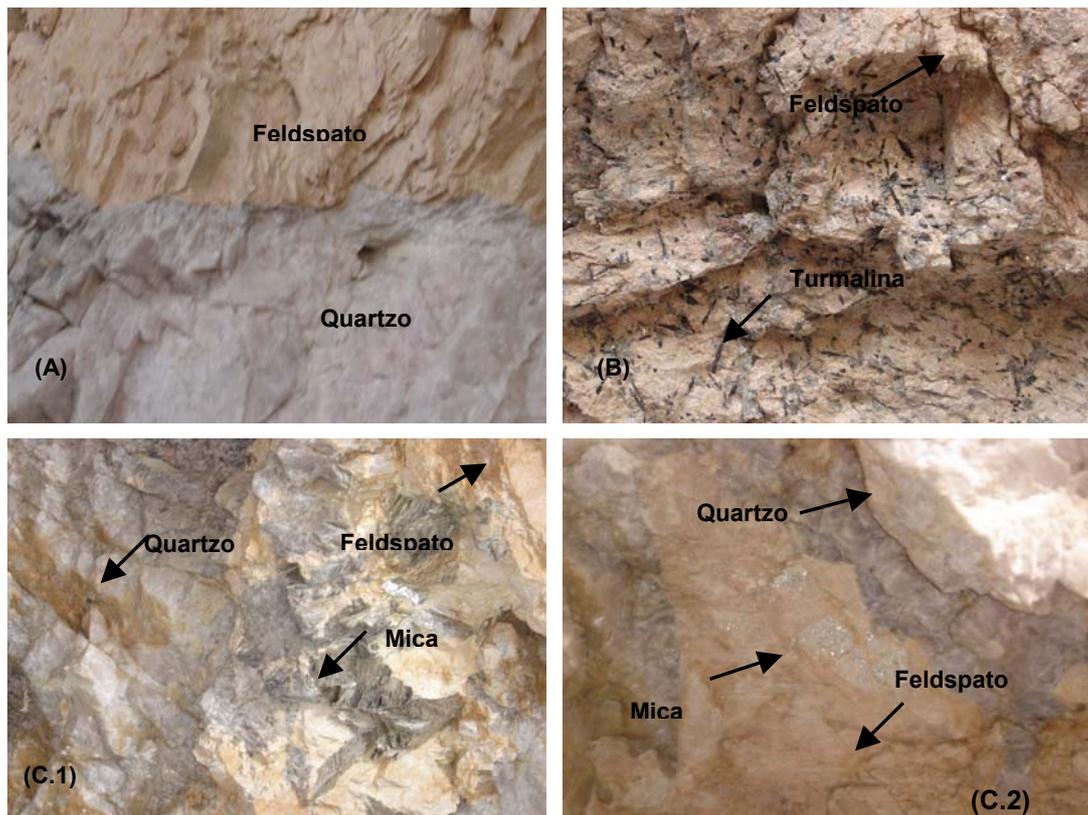


Figura II.1.2 – Constituintes mineralógicos mais importantes dos pegmatitos da região Borborema-Seridó. Em (A) quartzo e feldspato, em (B) feldspato e turmalina (pontos escuros) e em (C.1 e C.2) quartzo, feldspato e mica.

Os feldspatos encontrados são de dois tipos: os feldspatos potássicos perfiticos e a albita. Os feldspatos potássicos possuem estruturas perfiticas e se distribuem intercrescidos com quartzo e micas ou, formando aglomerados de cristais gigantes. A albita aparece com hábito lamelar e em arranjos radiais, intercrescida com as micas esverdeadas ou com o feldspato potássico; geralmente possui cor branca, ao contrário do feldspato potássico que normalmente é róseo ou marrom avermelhado.

A mica mais comum é a muscovita, que ocorre em dois tipos, segundo critérios de tamanho e cor. A de maior valor econômico pode ser lavrada e ocorre em grandes placas de até 15X15 cm. Sua cor é normalmente amarronzada ou enegrecida, devido às alterações da turmalina negra e granada que, normalmente, formam inclusões e transparente, quando há baixo teor de ferro. A mica secundária ocorre em pequenas placas com cor esverdeada. Outra variedade de mica menos freqüente é a biotita, em forma de ripas e com dimensões variadas (MORAES e HECHT, 1997).

Os métodos de exploração e lavra até então empregados na região Borborema-Seridó são empíricos, não há o emprego de técnicas da engenharia de minas. As técnicas de concentração utilizadas são também rudimentares e consistem apenas em uma catação manual na frente de lavra (LUZ *et al.*, 2003).

O feldspato lavrado nessa região é consumido, basicamente, pela indústria cerâmica. O quartzo róseo é vendido para a indústria da construção civil, na qual é utilizado na produção de revestimentos. O quartzo hialino é vendido para as indústrias de vidro. A mica é utilizada na produção de isolantes térmicos (MORAES e HECHT, 1997).

### **II.1.3) Processos de Beneficiamento do Pegmatito**

O beneficiamento de feldspato geralmente compreende os processos de flotação e separação magnética para remover os minerais acessórios, tais como mica, granada, ilmenita e quartzo.

Na década de 60, o antigo NIM (Nacional Institute for Metallurgy) e agora MINTEK, na África do Sul, desenvolveu um projeto com o objetivo de melhorar o aproveitamento dos pegmatitos. Na ocasião, foi proposta uma lavra seletiva, ou parcialmente seletiva, e a utilização de uma usina para beneficiamento dos pegmatitos. Essa usina tinha como objetivo recuperar todos os minerais de importância econômica, contidos nos pegmatitos. A flotação foi o método sugerido para recuperar os minerais de importância econômica - feldspato, mica, espodumênio, berilo, tantalita - contidos nos pegmatitos. A flotação não foi bem sucedida para recuperar esses minerais, devido à falta de informação sobre a composição mineralógica da alimentação do minério (LUZ *et al.*, 2003).

O Centro de Investigación para Industrias Minerales CIMM (1990) estudou, em escalas de laboratório e piloto, a viabilidade de recuperação do feldspato, quartzo, mica e berilo, com base em um pegmatito da mina Primeiro de Julho, Argentina. Com a realização do estudo chegou-se às seguintes conclusões:

- (i) recuperação da mica grossa por moagem e classificação;
- (ii) recuperação da mica fina, em circuitos de flotação ácida, usando amina como coletor;
- (iii) recuperação dos feldspatos por flotação, com coletores catiônicos do tipo amina, com prévia ativação pelo íon flúor;
- (iv) recuperação do berilo por flotação direta utilizando coletores aniônicos do tipo sulfonato de petróleo.

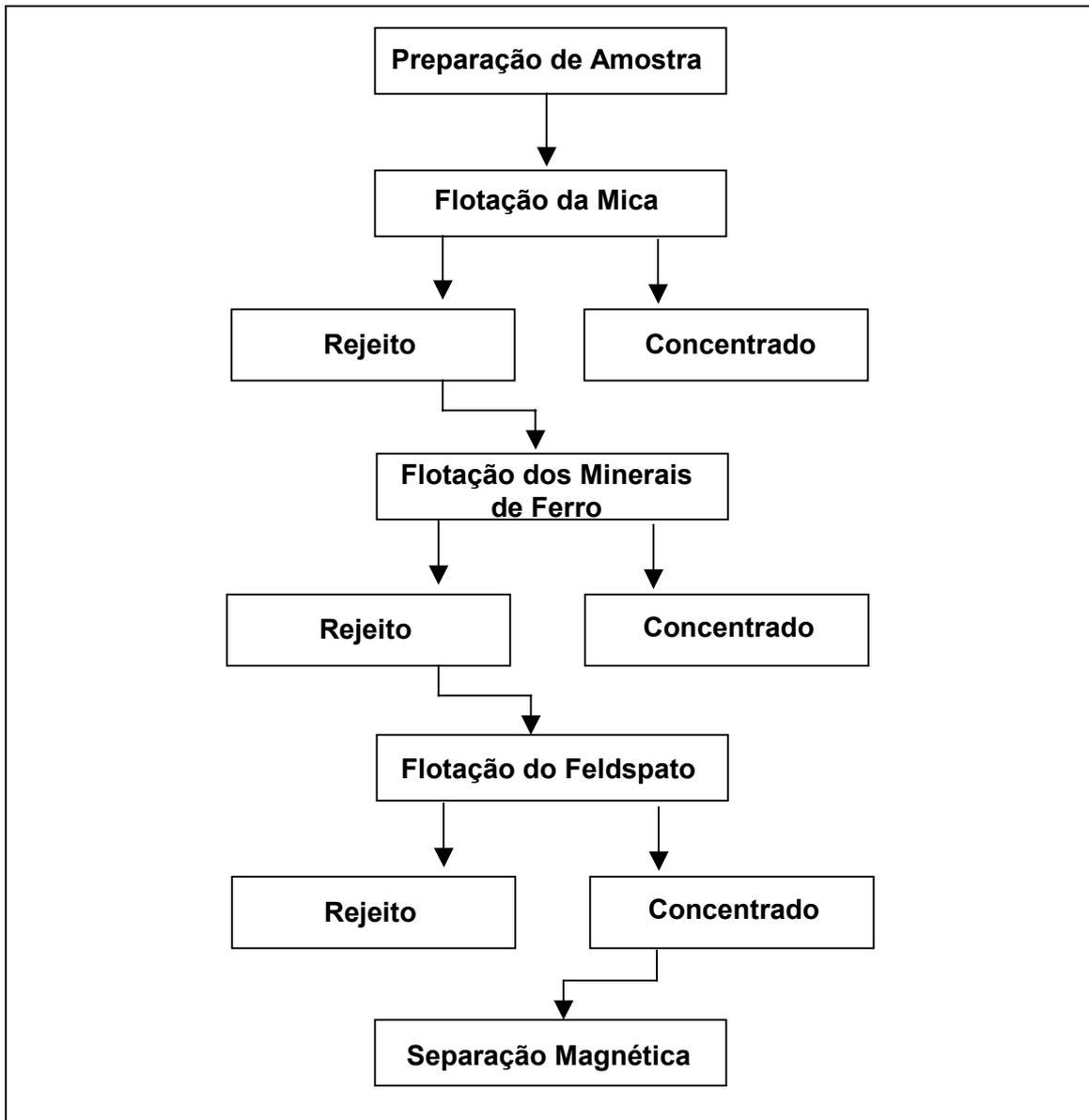
A separação dos minerais valiosos contidos na rocha pegmatítica proveniente de Capelinha – MG foi estudada, por meio da flotação (ANDRADE e LUZ, 2004). O diagrama de fluxo da Figura II.1.3 ilustra as diversas etapas do processo. Os principais constituintes mineralógicos desta rocha são microclínio, albita, muscovita e quartzo, porém o microclínio é encontrado em maior percentual, o que o caracterizando-o como

um feldspato potássico. O exame da caracterização mineralógica constatou que, para a granulometria inferior a 80  $\mu\text{m}$ , os minerais valiosos já se encontram liberados.

Na etapa de beneficiamento, primeiro foi feita a separação da mica por flotação catiônica, seguida da flotação aniônica para separar os minerais de ferro. Por último, foi realizada a flotação catiônica do feldspato em duas etapas (*rougher* e *scavenger*). Na Tabela II.1.2 encontram-se os sistemas de reagentes e as condições de cada etapa da flotação.

Os concentrados *rougher* e *scavenger* foram submetidos a uma separação magnética para reduzir o teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Desse modo, o beneficiamento desse minério pegmatítico proporcionou um concentrado de feldspato, muscovita e areia feldspática (subproduto do processo). Dentre eles, somente o concentrado final de feldspato e a areia feldspática possuem potencial econômico. O rejeito da separação do feldspato e do quartzo foi considerado uma areia feldspática, em decorrência dos seus teores de álcalis ( $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ ) maiores que 8% em peso e baixos teores de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na sua composição.

Os dois produtos obtidos no processo de concentração da rocha pegmatítica (feldspato e muscovita) podem atender as especificações de matéria-prima para as indústrias cerâmicas e de vidro. Cabe lembrar que o feldspato com 15% de álcalis ( $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ ) e baixo teor de ferro (0,07%) é muito utilizado nas indústrias cerâmicas. Além disso, a mistura de feldspato e quartzo, denominada de areia feldspática, com teor de 11,1% de álcalis e 0,07% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , atendem as especificações da indústria de vidro.



Fonte: ANDRADE e LUZ, 2003.

Figura II.1.3 – Diagrama de fluxo das etapas de beneficiamento da rocha pegmatítica provenientes de Capelinha – MG.

Tabela II.1.2 - Condições experimentais para a flotação da mica, minerais de ferro e feldspato.

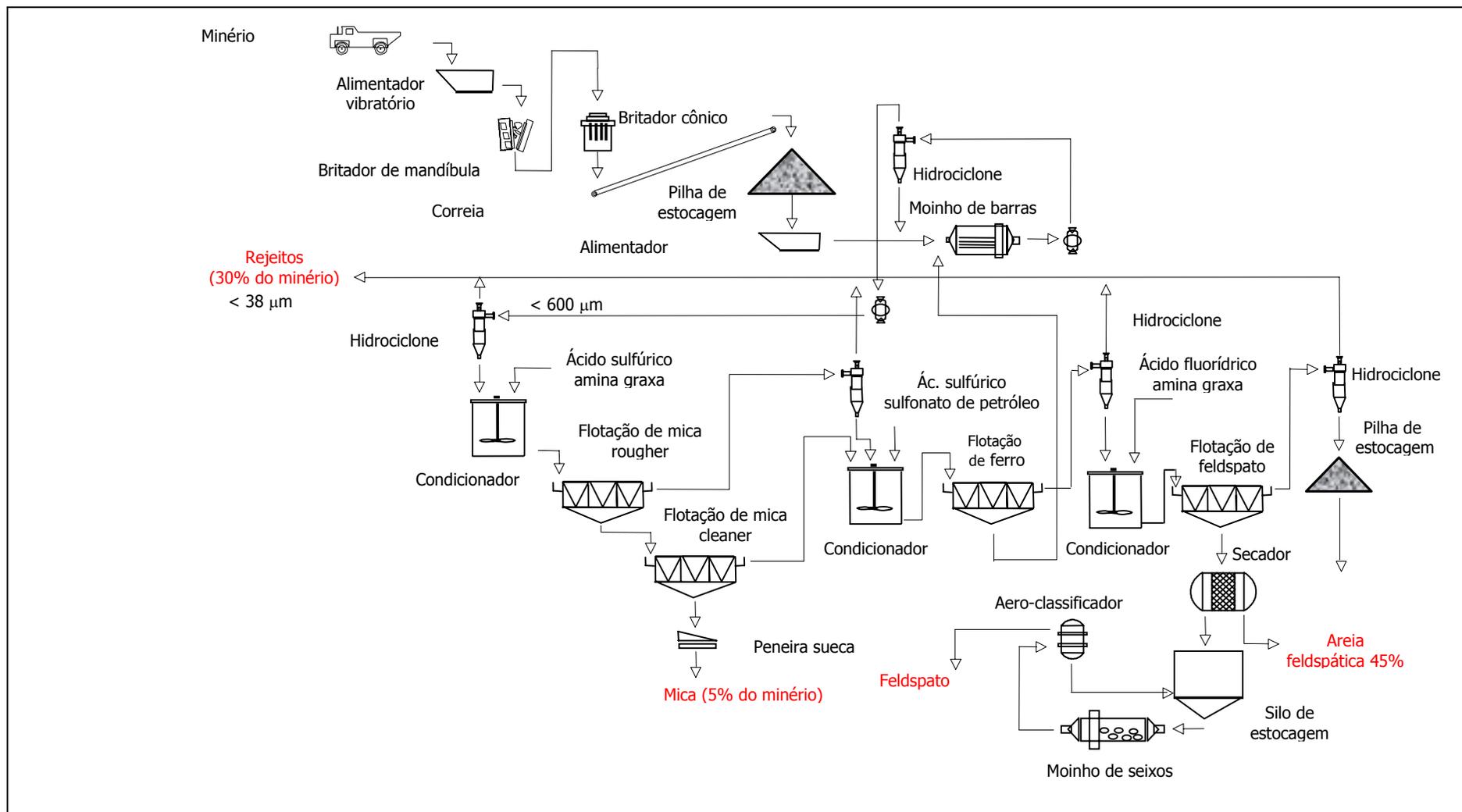
Flotação da mica, ajuste do pH com H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>					
Condições Operacionais	Cond.(min)		Flotação <i>Rougher</i>	Cond.(min)	Flotação <i>Scavenger</i>
	1	2			
Amina (g/t)	200	-	-	100	-
O. Comb. (g/t)	250	-	-	125	-
Óleo Pinho (g/t)	0	138	-	138	-
Tempo (min)	4	2	4	2	3
pH da polpa	3,00	3,00	-	3,00	-
Flotação dos minerais de ferro, ajuste do pH com H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>					
Condições Operacionais		Cond.(min)		Flotação <i>Rougher</i>	
Sulfonato de petróleo (g/t)		400		-	
Tempo (min)		4		4	
pH da polpa		3,00		-	
Flotação do feldspato, ajuste do pH com HF					
Condições Operacionais	Cond.(min)		Flotação <i>Rougher</i>	Cond.(min)	Flotação <i>Scavenger</i>
	1	2			
Amina (g/t)	300	-	-	150	-
O. Comb. (g/t)	250	-	-	125	-
Óleo Pinho (g/t)	0	200	-	200	-
Tempo (min)	4	2	3	2	-
pH da polpa	2,50	2,50	-	2,50	2
Cond. - condicionamento; O. Comb. - óleo combustível					

Fonte: ANDRADE e LUZ, 2003.

A Figura II.1.4 ilustra o fluxograma típico de beneficiamento de pegmatito que contém os seguintes minerais: quartzo, mica, feldspato, granada e outros minerais carreadores de ferro. A amostra original é britada nos britadores de mandíbulas e cônicos até uma granulometria inferior a 25 mm e, em seguida, moído em moinho de

barras em circuito fechado até a granulometria de 600  $\mu\text{m}$  (granulometria na qual o feldspato está liberado). A fração abaixo de 38  $\mu\text{m}$  é descartada por ciclonagem em bacias de rejeitos.

A flotação ocorre em três etapas a fim de remover os seguintes minerais: mica, quartzo e os portadores de ferro. A flotação da mica é realizada com pH 3 e 25% de sólidos na polpa, com 125 g/t de acetato de amina, 500 g/t de óleo combustível e 50 g/t de espumante. A flotação dos minerais portadores de ferro e da mica, ainda remanescente, é realizada em pH 3, com 250 g/t de sulfonato de petróleo e 25 g/t de espumante. Na flotação do quartzo foi utilizado acetato de amina como coletor e o pH no intervalo 3 a 3,5, corrigido com ácido fluorídrico. O concentrado da última etapa é um feldspato grau vidro. Uma pequena porção desse produto é reduzida a seco em moinho de seixos, seguida de separação magnética para obtenção de um feldspato grau cerâmico (DYK e KAUFFMAN, 1994).



Fonte: DYK e KAUFFMAN, 1994.

Figura II.1.4 - Fluxograma típico de beneficiamento de pegmatito.

#### II.1.4) Usos Industriais dos Feldspatos

Os feldspatos alcalinos, microclínio e ortoclásio são matérias-primas para as indústrias cerâmicas e vidreiras. Também são usados como carga mineral nas indústrias de tintas, plásticos, borrachas e abrasivos leves e como insumo na indústria de eletrodos para soldas, conforme suas especificações (TAVARES *et al.*, 2005).

O feldspato usado na indústria cerâmica (revestimento de piso e parede, louça sanitária, porcelana elétrica, fritas, vidro e esmalte) como fluxante (devido ao seu conteúdo de álcalis) tem a função de formar fase vítrea no corpo, promovendo uma vitrificação e transluzimento (LUZ e COELHO, 2005). Nos grupos dos vidros, os feldspatos são as principais fontes de alumina, cuja finalidade é:

- (i) aumentar a resistência à corrosão química;
- (ii) atuar como estabilizador;
- (iii) melhorar a durabilidade da resistência ao impacto;
- (iv) melhorar o dobramento e choque térmico;
- (v) aumentar a viscosidade durante a formação do vidro;
- (vi) inibir a desvitrificação.

Além disso, o conteúdo de álcalis dos feldspatos ajuda na diminuição da ação de fluxo e atua como fundente. A sílica resultante do processo de concentração é utilizada como vitrificante (TAVARES *et al.*, 2005).

Na indústria cerâmica, os feldspatos de maior utilidade são: albita e microclínio/ortoclásio. A anortita é raramente usada, pois se trata de um mineral muito refratário.

Os feldspatos sódicos e potássicos possuem comportamentos diferentes durante a queima. Os feldspatos sódicos são caracterizados pelo baixo ponto de fusão (em torno de 1.170°C) e por uma fusão abrupta, bem como retração e fusibilidade dependentes da temperatura. A massa fundida do feldspato sódico tem viscosidade mais baixa. Visto que, na indústria cerâmica, o feldspato sódico é mais propenso à formação de peças empenadas ou deformadas, há mais rigor em se estabelecer os limites térmicos. Por outro lado, os feldspatos potássicos possuem um ponto de fusão mais elevado (em torno de 1.500°C) e seu comportamento cerâmico se dá de forma progressiva. A massa fundida proveniente do feldspato potássico possui maior viscosidade, e dessa forma, os limites térmicos de trabalho são relativamente mais amplos (LUZ e COELHO, 2005).

A Tabela II.1.3 contém as especificações de feldspato utilizado na produção de alguns vidros e porcelanas.

Tabela II.1.3 – Especificações comerciais genéricas de feldspato para vidros e porcelanas.

Materiais		Análise Química (%)							
		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	P.F
Vidros	F-20	68,20	22,00	0,10	5,60	traço	3,00	6,00	0,20
	C-20	68,90	18,75	0,07	1,85	traço	3,85	7,15	0,13
	G-40	67,70	18,50	<0,1	0,90	traço	4,10	7,00	0,13
	Aplito	63,10	22,00	0,10	5,60	Traço	3,00	6,00	0,20
Porcelanas	NC-4	68,70	18,50	0,07	0,90	Traço	4,10	7,20	0,25
	C-6	68,70	18,50	0,07	0,90	Traço	4,10	7,20	0,25
	G-200	67,00	18,30	0,08	1,02	Traço	10,50	2,85	0,20
	K-200	67,10	18,30	0,07	0,36	Traço	10,10	3,80	0,26

Fonte: LUZ e COELHO, 2005.

## II.2- Vitrocerâmica Feldspática Reforçada Com Leucita

As cerâmicas odontológicas constituem-se em vidrados, porcelanas, cerâmicas vítreas ou estruturas altamente cristalinas. São atraentes graças à sua biocompatibilidade, estabilidade de cor a longo prazo, resistência ao desgaste e capacidade de serem conformadas em formas precisas.

As porcelanas odontológicas designadas para próteses unitárias metalocerâmicas e muitos outros vidros e cerâmicas odontológicas utilizam como matéria-prima o feldspato. Quando o feldspato é misturado com vários óxidos metálicos e queimado a altas temperaturas (1.150°C a 1.530°C), ocorre uma fusão incongruente, processo no qual o material se funde, formando um líquido rico em sílica e um cristal com composição química diferente do líquido.

Nos últimos anos, constatou-se um crescente uso de vitrocerâmica nas restaurações dentárias. A vitrocerâmica é um material constituído por grãos finos e policristalinos envolvidos por uma matriz vítrea. A fase cristalina confere ao composto cerâmico uma melhoria na resistência mecânica, dureza e estabilidade química, quando comparado com a fase vítrea (GORMAM e HILL, 2003). Esse material possui vantagens em relação a outros materiais cerâmicos utilizados em restaurações, dentre as quais pode-se destacar (DENRY *et al.*, 1999):

- (vii) fácil fabricação (técnica convencional de cera perdida);
- (viii) elevada resistência mecânica e baixa abrasividade;
- (ix) boa precisão e ótimas propriedades óticas.

A vitrocerâmica é obtida mediante controle da cristalização da frita durante o tratamento térmico. Nesta etapa ocorre a nucleação e crescimento da fase cristalina na matriz vítrea, que depende da composição química e de um tratamento térmico específico. A elevada taxa de nucleação e a baixa taxa de crescimento dos cristais são necessárias para obter pequenos grãos cristalinos, desejáveis para aumentar a resistência mecânica da cerâmica (CATTELL *et al.*, 2005).

As porcelanas constituídas de leucita são utilizadas em restaurações dentárias com o objetivo de aumentar a resistência mecânica da porcelana e de compatibilizar os coeficientes de expansão térmica ( $\alpha$ ) da cerâmica com o coeficiente de expansão térmica do substrato metálico, pois os vidros derivados de feldspato possuem baixos coeficientes de expansão térmica, que são incompatíveis com os das ligas metálicas utilizadas como substrato em restaurações metalocerâmicas. As vitrocerâmicas constituídas de leucita são bastante versáteis e podem ser obtidas por vários

mecanismos de sinterização, em fornos convencionais ou em fornos com prensagem a quente (CATTELL *et al.*, 2005).

A leucita é um mineral, potássio-alumino-silicato ( $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ), com elevado coeficiente de expansão térmica. O seu ponto de fusão está em torno de 1.693°C (HASHIMOTO *et al.*, 2005). À temperatura ambiente, a fase predominante da leucita é tetragonal. A mudança de fase passando de cúbica (alta leucita) para tetragonal (baixa leucita), no intervalo de 605-625°C, é acompanhada por uma variação significativa do volume e do coeficiente de expansão térmica ( $\alpha = 11 \times 10^{-6}$  a  $13 \times 10^{-6} K^{-1}$  para  $\alpha = 20 \times 10^{-6}$  a  $25 \times 10^{-6} K^{-1}$ ), que geram uma tensão compressiva tangencial em volta dos cristais responsáveis pela neutralização da força motriz de formação de trincas (CATTELL *et al.*, 2005, TSETSEKOU *et al.*, 2002). A cristalização ou a introdução da expansão elevada da leucita na fase tetragonal na base vítrea é benéfica, pois aumenta o coeficiente de expansão a um ótimo nível, permitindo uma boa interação do mineral com o substrato metálico (CATTELL *et al.*, 2001).

A leucita pode ser obtida pelos seguintes processos: co-precipitação, sol-gel, síntese hidrotérmica e pela fusão incongruente do feldspato potássico, na qual há formação de uma fase líquida rica em  $SiO_2$  com composição química diferente da fase cristalina formada (leucita) (ONG *et al.*, 2000, ZHANG *et al.*, 2006, RASMUSSEN *et al.*, 1998).

A cristalização de leucita ocorre quando há uma quantidade superior a 11% de  $K_2O$  na composição de vidros. A quantidade desses cristais é influenciada pelo conteúdo de  $K_2O$  na frita, pela temperatura e pelo tempo do tratamento térmico e pode ser alterada na porcelana dentária durante a queima múltipla, o tratamento isotérmico, o resfriamento e ao longo do tempo de contato com a saliva (LOND *et al.*, 2000, MARCKERT *et al.*, 2000).

Nos estudos realizados por Cattell *et al.*, 2005 e Tsetsekou *et al.*, 2002, os resultados obtidos pelos difratogramas indicam que a quantidade de leucita tetragonal varia de acordo com a temperatura e com o tempo de tratamento térmico. Observa-se que no intervalo de temperatura entre 800 e 950°C, há crescente participação da fase cristalina sanidina (que causa opacidade à vitrocerâmica), com um decréscimo da quantidade de leucita, à medida que há o aumento do tempo de tratamento térmico. Por outro lado, temperaturas acima de 1.100°C, a única fase cristalina é a leucita.

A quantificação de leucita numa vitrocerâmica pode ser determinada pela análise de difração de raios-X, na qual é utilizado o método do padrão interno, que calcula a razão entre as alturas do pico de maior intensidade ( $I_{100}$ ) da leucita e de um padrão interno ou calcula a razão entre as áreas do pico de maior intensidade ( $I_{100}$ ) da leucita e do padrão interno (ONG *et al.*, 2000). Na Tabela II.2.1, encontram-se as posições

dos picos de leucita cúbica e tetragonal num difratograma de raios-X quando se utiliza a radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $K\alpha_1=1,5406 \text{ \AA}$ ,  $K\alpha_2=1,5444 \text{ \AA}$ ) (CATTELL *et al.*, 2001).

Tabela II.2.1 – Posições dos picos de leucita tetragonal e cúbica num difratograma de raios-X quando se utiliza a radiação  $\text{CuK}\alpha$ .

Posição dos Picos da Leucita Tetragonal		Posição dos Picos da Leucita Cúbica	
2 $\theta$	Plano	2 $\theta$	Plano
25,961	004	27,084	400
27,084	400	31,284	332
16,08	112	-	-
16,37	211	-	-

Fonte: CATTELL *et al.*, 2001.

Vários autores (CATTELL *et al.*, 2005, HÖLAND *et al.*, 1995 ) dão ênfase à importância do dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) como agente nucleante. Segundo eles, ocorre uma significativa cristalização de leucita quando há uma elevada concentração de  $\text{TiO}_2$  (4-8% em peso). Um outro óxido que é utilizado como agente nucleante é o  $\text{CeO}_2$ .

O volume de leucita numa porcelana dentária varia de 17 a 45% de leucita tetragonal na matriz vítrea. O conteúdo de leucita influencia as propriedades mecânicas e térmicas da porcelana (TSETSEKOU *et al.*, 2002). Segundo Morena *et al.* (1986), as porcelanas que contêm leucita possuem elevada tenacidade à fratura quando comparadas com as porcelanas vítreas. Porém a Resistência à flexão de porcelanas que contêm 30 a 50% de leucita é menor do que as que contêm de 0 a 30% de leucita.

As porcelanas que possuem elevadas porcentagens de leucita sofrem, com maior frequência, a deflexão de trincas, fenômeno que ocorre quando a trinca muda de direção de propagação ao encontrar um cristal, o que diminui a intensidade de propagação. (CESAR *et al.*, 2004).

Segundo Denry *et al.* (1996), Rasmussen *et al.* (1998) e Cattell *et al.* (1999), a porcelana dentária estabilizada com leucita cúbica (fase de alta temperatura) possui, à temperatura ambiente, apenas uma pequena quantidade de microtrincas, além de valores menores de Resistência à flexão biaxial e de tenacidade à fratura, quando comparada às porcelanas constituídas por leucita tetragonal (maior quantidade de microtrincas). Esta diferença existente entre os dois tipos de porcelana leucítica pode ser explicada pela maior tensão compressiva tangencial em volta dos cristais de

leucita na porcelana quando houver, no resfriamento, maior transformação da fase cúbica para a tetragonal, acompanhada por uma maior deflexão de trincas.

Pode-se obter cristais de leucita cúbica estabilizada à temperatura ambiente acrescentando-se aproximadamente 2% (em moles) de Cs<sub>2</sub>O ou polucita (CsAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) na composição da vitrocerâmica. O acréscimo destes agentes estabilizantes de leucita cúbica à temperatura ambiente favorece a redução e a eliminação de defeitos, porém não possibilita o aprimoramento das propriedades mecânicas destas cerâmicas, pois ocorre uma diminuição das forças tangenciais compressivas em volta dos cristais resultantes da mudança de fase cúbica para tetragonal (RAMUSSEN *et al.*, 1998).

Segundo Cattell *et al.* (2001), as microtrincas estão associadas aos grandes cristais de leucita ( $5,5 \pm 9,7 \mu\text{m}^2$ ) e à existência de aglomerados, enquanto as fraturas na matriz vítrea são causadas pela ausência de uma distribuição uniforme dos cristais de leucita, o que contribui para a diminuição da Resistência à flexão da cerâmica. Para melhorar as propriedades mecânicas, é necessário obter pequenos cristais de leucita (1  $\mu\text{m}$ ) distribuídos homoganeamente na matriz vítrea. Estes cristais diminuem a quantidade de microtrincas e a suscetibilidade da matriz vítrea ser fraturada.

A obtenção de pequenos cristais de leucita na fase tetragonal, uniformemente distribuídos na matriz vítrea, é influenciada pela etapa de cristalização no tratamento térmico da frita e pelo tamanho de partículas da frita, pois, quanto menor o tamanho das partículas, maior é a área superficial, o que resulta em uma maior superfície de nucleação (CATTELL *et al.*, 2005).

Há faixas bastante variadas de composições de vitrocerâmicas feldspáticas reforçadas com leucita nas patentes existentes, como descrito a seguir.

Na patente de Brodtkin *et al.* (2004), desenvolveu-se uma porcelana dental de cobertura na qual havia 20% de leucita tetragonal e o tamanho dos cristais era inferior a 5  $\mu\text{m}$ , com a seguinte composição química (% em peso): 45 a 65 de SiO<sub>2</sub>, 8 a 12 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5 a 15 de K<sub>2</sub>O, 6 a 2 de Na<sub>2</sub>O, 0 a 3 de Li<sub>2</sub>O, 0 a 4 de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0 a 2 de F, 0 a 3 de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, [F + B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>] = 0,8 a 4,0 e [Li<sub>2</sub>O + Na<sub>2</sub>O] = 6 a 15).

A temperatura de maturação variava de 680°C a 870°C e o coeficiente de expansão térmica preferencial estava em torno de 13,1 a 14,5 x 10<sup>-6</sup>/°C (no intervalo de temperatura de 25 a 470°C). A porcelana do núcleo (ou infra-estrutura), constituída de leucita cúbica, possuía a seguinte composição química (% molar): 60 a 75 de SiO<sub>2</sub>, 11,7 a 13,0 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 8 a 9,7 de K<sub>2</sub>O e 1 a 2 de Cs<sub>2</sub>O.

A temperatura de maturação era inferior a 1.200°C e os coeficientes de expansão térmica estavam na faixa de 12,5 a 15,0 x 10<sup>-6</sup>/°C (no intervalo de

temperatura de 25 a 500°C), estas são moldadas por pressão na seguinte faixa de temperatura: 980 a 1.030°C.

Na patente de Steidl *et al.* (2002), apresenta-se uma vitrocerâmica contendo de 20 a 45% (em peso) de leucita, com a seguinte composição química (% em peso): 40-95 de SiO<sub>2</sub>, 5-25 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5-25 de K<sub>2</sub>O, 0-25 de Na<sub>2</sub>O, 0-20 de CaO, 0-8 de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0-0,5 de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 0-3 de F. O coeficiente de expansão linear está na faixa de 12,5 a 15,5 x 10<sup>-6</sup>/K, (no intervalo de temperatura de 20-500°C), sendo obtido pelo processo de prensagem a quente variando a pressão no intervalo de 3 a 5 bar e temperatura no intervalo de 900 a 1.050°C.

Na patente de Hoshikawa *et al.* (2004), consta o desenvolvimento de uma vitrocerâmica dental obtida pelo processo de prensagem a quente. Esta é constituída por material vítreo com a seguinte composição química (% em peso): 53-65 de SiO<sub>2</sub>, 13-23 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9-20 de K<sub>2</sub>O, 6-12 de Na<sub>2</sub>O e duas sementes de cristais de leucita sintética com tamanho de partícula igual ou menor do que 73 µm. Esses cristais são obtidos pela fusão de uma mistura estequiométrica de reagentes sólidos apropriados, na temperatura próxima a 1.750°C, por 3 h, seguida de um resfriamento lento com a taxa de 50°C/h até a temperatura de 1.300°C, para completar a cristalização, e finalmente submetido a um resfriamento natural até a temperatura ambiente. A composição química (% em peso) destes cristais é a seguinte: 53-64 de SiO<sub>2</sub>, 19-27 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 17-25 de K<sub>2</sub>O.

O material vítreo e as sementes de cristais de leucita são tratados termicamente na seguinte faixa de temperatura: 750-950°C durante 1 a 5 h.

Na patente de Frank *et al.* (1997), a vitrocerâmica consiste de fosfosilicato contendo leucita, com a seguinte composição química (% em peso): 49,0-57,5 de SiO<sub>2</sub>, 11,4-21,0 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 0,5-5,5 de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 2,5-11,5 de CaO; 9,0-22,5 de K<sub>2</sub>O; 1,0-9,5 de Na<sub>2</sub>O; 0-2,5 de Li<sub>2</sub>O; 0-2,0 de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 0-3,0 de TiO<sub>2</sub>; 0,8-8,5 de ZrO<sub>2</sub>; 0-3,0 de CeO<sub>2</sub>, 0,25-2,5 de F; 0-3,0 de La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 0-3,0 de ZnO; 0-3,0 de BaO; 0-3,0 de MgO; 0-3,0 de SrO. A frita de vidro é obtida pela fusão da mistura dos ingredientes adequados numa temperatura de 1.500 a 1.650°C, durante 0,5 a 4,0 h, com o objetivo de formar um vidro líquido homogêneo, que é bruscamente resfriado em água (fritado), na qual resulta num produto granuloso que, após a secagem, é cominuído numa granulometria inferior a 45 µm. As infra-estruturas protéticas de vitrocerâmica são obtidas pelo processo de prensagem a quente no intervalo de temperatura de 950-1.150°C de discos ou pastilhas prensadas uniaxialmente a frio e subseqüentemente sinterizados numa temperatura entre 900 e 1.000°C, durante 0,5 a 1,0 h.

A análise dessas diversas composições revela o quanto flexível e alternativa é a composição da vitrocerâmica a ser moldada pela injeção por prensagem a quente para obter uma infra-estrutura (casquete) de prótese dental cerâmica.

### II.2.1- Prensagem a Quente

A técnica de prensagem a quente utiliza um forno especial (Figura II.2.1) com uma prensa pneumática, na qual o material vítreo é prensado num molde refratário em elevada temperatura, a vácuo. As vantagens da prensagem a quente, comparada com outros métodos de queima, são:

- (i) diminuição da porosidade;
- (ii) aumento do módulo de Weibull;
- (iii) aumento da tensão flexural;
- (iv) excelente adaptação.

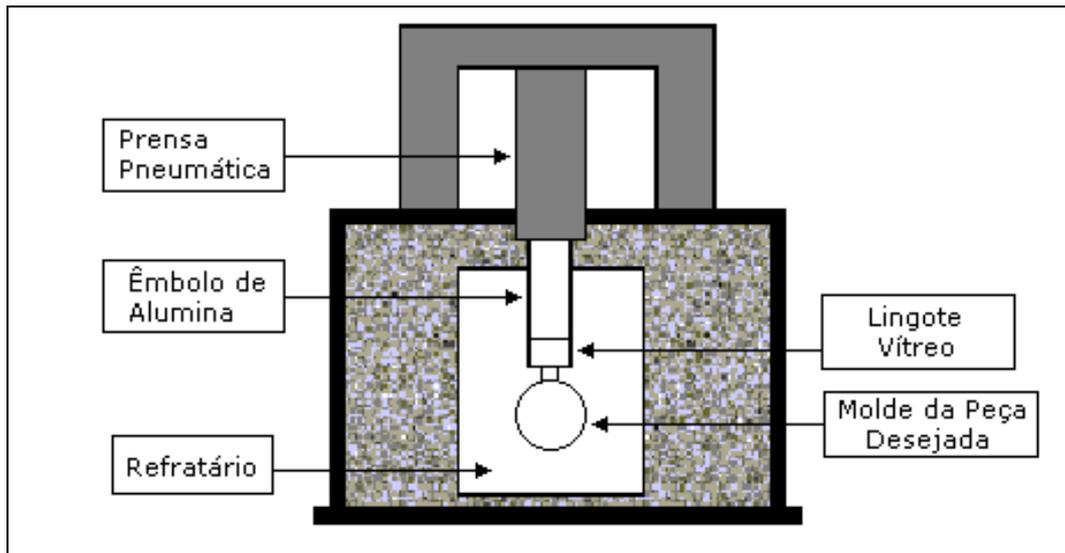
O sistema utiliza ciclos de processamento pequenos e a técnica de cera perdida (GORMAN *et al.*, 2000). Este processo é usado rotineiramente nas indústrias cerâmicas e seu uso foi sugerido na produção de porcelanas dentárias, em restaurações metalo-cerâmica e totalmente cerâmica. O sistema IPS Empress foi o primeiro a utilizar este processo na produção de cerâmicas que contêm cristais de leucita, seguido pelo sistema *Optimal Pressable Ceramic* (OPC). Essa técnica é utilizada para obter *inlay*, pontes e *venner* (CATTELL *et al.*, 2001). As condições em que é realizado o processo de prensagem a quente dos sistemas mencionados acima podem ser observadas na Tabela II.2.2 (GORMAN *et al.*, 2000).

Tabela II.2.2 - Condições da prensagem a quente para o sistema *IPS Empress* e *Optimal Pressable Ceramic*.

Sistema	T <sub>1</sub> (°C) / Pressão (bar)	t <sub>1</sub> (min)	t <sub>2</sub> (min)
IPS Empress	1.180 / 5	20	20
OPC	1.150 / 5	20	15

T<sub>1</sub>- Temperatura de queima; t<sub>1</sub> – tempo no patamar; t<sub>2</sub> – tempo de prensagem

Fonte: GORMAN *et al.*, 2000.



Fonte: GORMAN *et al.*, 2000.

Figura II.2.1 - Desenho representativo da prensa pneumática para prensagem a quente.

De acordo com Gorman e Hill (2003), um dos fatores predominantes que influencia as propriedades mecânicas das cerâmicas é a existência de falhas, no interior e na superfície destas, que podem ser reduzidas utilizando o processo de prensagem a quente. Esse procedimento favorece uma distribuição homogênea dos cristais na matriz vítrea, além de diminuir a quantidade de poros.

## CAPÍTULO III

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### III.1- Aproveitamento de Feldspato Contido em Pegmatito da Região Borborema-Seridó para Aplicações em Cerâmica Odontológica

##### III.1.1- Preparação da Amostra Original

A primeira etapa do trabalho consistiu na coleta de várias amostras da rocha para análise petrográfica. Na etapa seguinte procedeu-se a cominuição da amostra (243,15 kg), com auxílio do britador de mandíbulas. O produto da britagem foi rebitado em um britador de rolos (Figura III.1.1), operando em circuito fechado com uma peneira de abertura de 2,38 mm (8 mesh). No estágio seguinte, procedeu-se a homogeneização da amostra global em pilha prismática e foram retiradas sub-amostras de 20 kg (Figura III.1.2). Para se realizar os ensaios em laboratório, foi feita nova pilha de homogeneização com sub-amostras de 20 kg, obtendo alíquotas de 1,0 kg. Na Figura III.1.3 consta o diagrama de fluxo das etapas de preparação da amostra para o processo de beneficiamento do minério.

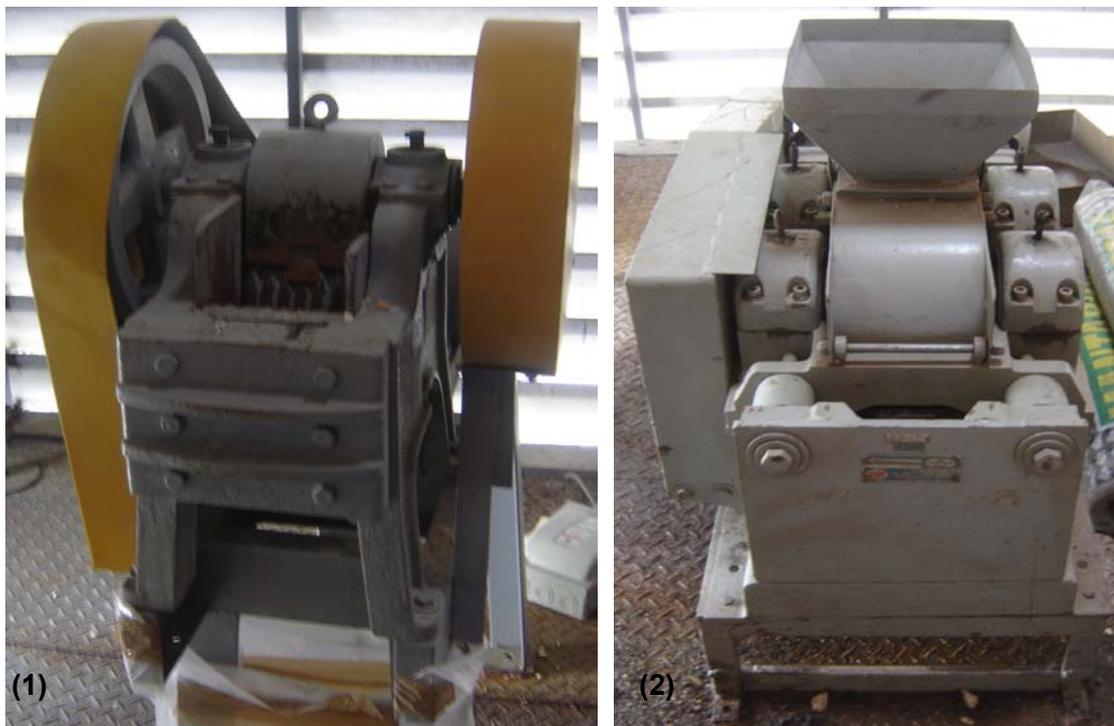


Figura III.1.1 – Em (1) o britador de mandíbulas e em (2) o britador de rolos do CETEM utilizados na etapa de preparação das amostras.



Figura III.1.2 - Pilha prismática de homogeneização da amostra global com granulometria abaixo de 2,38 mm.

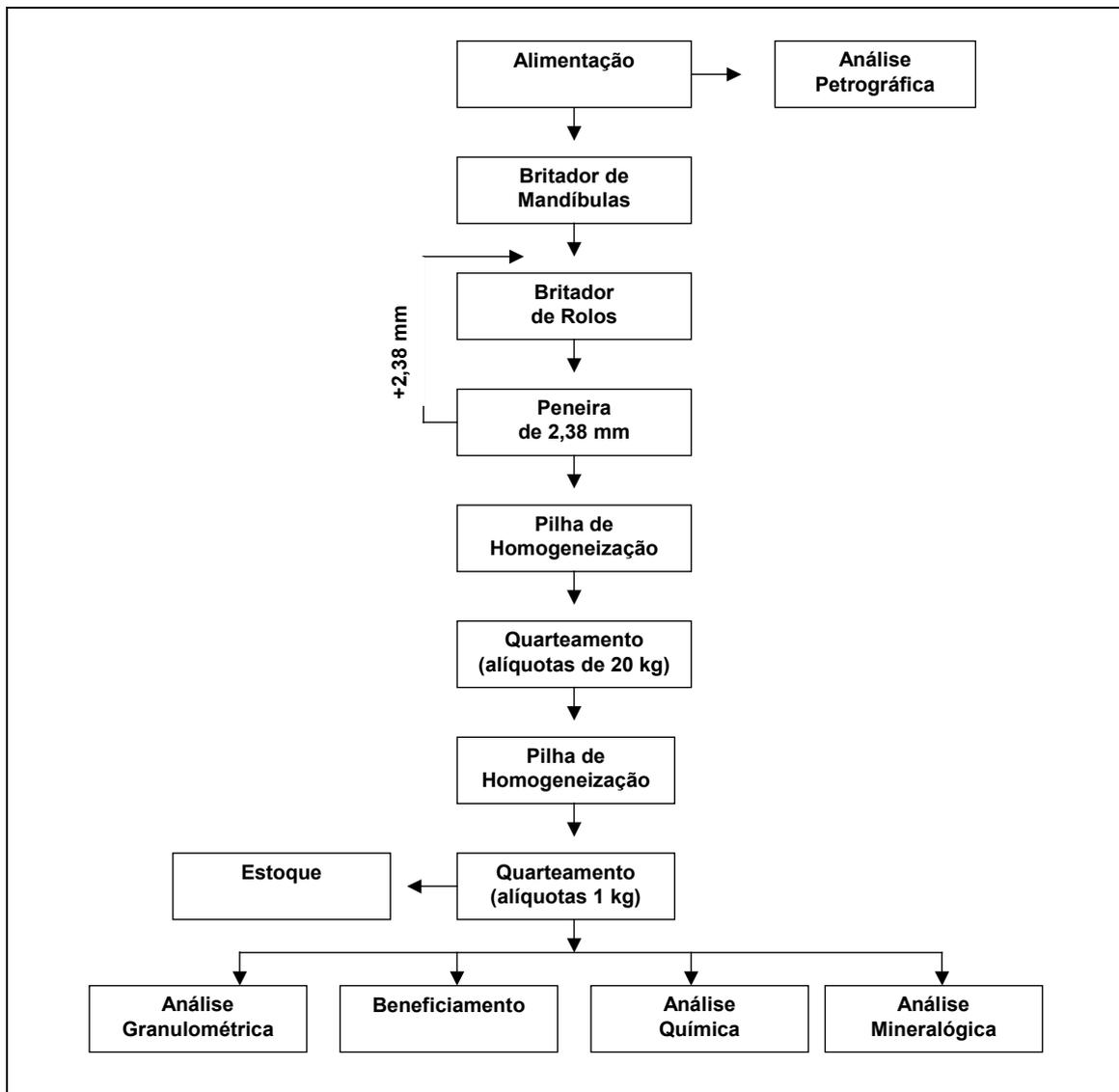


Figura III.1.3 - Diagrama de fluxo das etapas de preparação das amostras de pegmatitos da região Boroborema-Seridó.

### **III.1.2- Caracterização da Amostra Original**

#### **a) Análise Granulométrica**

De início foi feita a dispersão de 1,0 kg da amostra original em uma polpa com 50% de sólidos. Na segunda etapa procedeu-se o peneiramento da mesma em peneira de abertura de 37  $\mu\text{m}$  (400 mesh), para remoção da fração fina, a qual foi filtrada, secada e pesada. A secagem foi feita em estufa, cuja temperatura não excedeu 150°C, evitando-se a perda de massa dos materiais orgânicos existentes. Procedimento análogo foi feito com a fração acima de 37  $\mu\text{m}$ , usando a série Tyler  $\sqrt{2}$ , desde a abertura de 1,2 mm até 37  $\mu\text{m}$ .

#### **b) Espectro de Liberação**

O espectro de liberação das partículas de quartzo, mica e feldspato foi determinado com auxílio de uma lupa binocular e pela análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com sistema de microanálise por dispersão de energia (EDS), marca Leica, mod.S440.

#### **c) Análise Química**

A análise química para determinar os teores de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  e  $\text{CaO}$  da amostra original foi obtida por uma varredura semiquantitativa em uma fluorescência de raios-X, modelo S-4 *Explorer*, da *Bruker-axs* do Brasil, equipada com tubo de ródio.

A amostra foi moída abaixo 74  $\mu\text{m}$  e fundida com tetraborato de lítio a uma temperatura de 1.100°C, na proporção de 1:6 amostra/fundente.

#### **d) Análise Mineralógica**

As fases mineralógicas de cada fração granulométrica foram determinadas em um difratômetro da marca *Bruker-AXS D5005*, radiação  $\text{CoK}\alpha$  (35kV/40mA);  $2\theta$  por passo com tempo de contagem de 1 s por passo e coletado de 5 a 80°  $2\theta$ . Procedeu-se a interpretação qualitativa de espectro por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em *software Bruker DiffracPlus*.

### e) Análise Petrográfica

Com base nas amostras do minério bruto foram confeccionadas as lâminas delgadas, que foram posteriormente analisadas no microscópio petrográfico.

#### III.1.3- Curva de Moagem

Foram realizados ensaios em moinho de barras de laboratório (300 X 165 mm). Assim, utilizaram-se 10 barras de 20 mm de diâmetro, 1 kg de minério e 1 L de água, variando-se apenas o tempo de moagem. Desta forma, foram obtidas amostras moídas abaixo de 417  $\mu\text{m}$ , cujos resultados foram plotados em um gráfico.

#### III.1.4- Determinação Experimental do Índice de Trabalho (WI)

Os ensaios para determinação do índice de trabalho (WI) foram realizados em um moinho padrão (Bond), de acordo com a metodologia descrita na norma técnica NBR 11376 ABNT. Desse modo, foi possível calcular o índice de moabilidade do material (Mob), que corresponde à quantidade, em gramas, do material moído e passante na peneira teste, gerado em cada ciclo do moinho, simulando um circuito fechado.

O cálculo do WI foi efetuado, segundo a equação proposta por Bond:

$$WI = \frac{44,5}{Am^{0,23} \times Mob^{0,82} \times 10 * [P^{-0,5} \times A^{-0,5}]} \times 1,1 \quad [III.1.1]$$

onde:

WI índice de trabalho para moagem (kWh/t);

Am abertura do teste em  $\mu\text{m}$ ;

Mob índice de moabilidade em g/rotação;

P abertura da peneira por onde passam 80% da massa do produto ( $\mu\text{m}$ );

A abertura da peneira por onde passam 80% da massa da alimentação ( $\mu\text{m}$ );

1,1 fator de conversão de tonelada curta para tonelada métrica.

O cálculo da energia necessária para moer 1 t de minério foi feito segundo a expressão:

$$E = 10 WI \times [(P)^{-0,5} - (A)^{-0,5}]$$

[III.1.2]

### III.1.5- Ensaios de Beneficiamento

A Figura III.1.4 ilustra o diagrama de fluxo das etapas dos processos utilizados no beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).

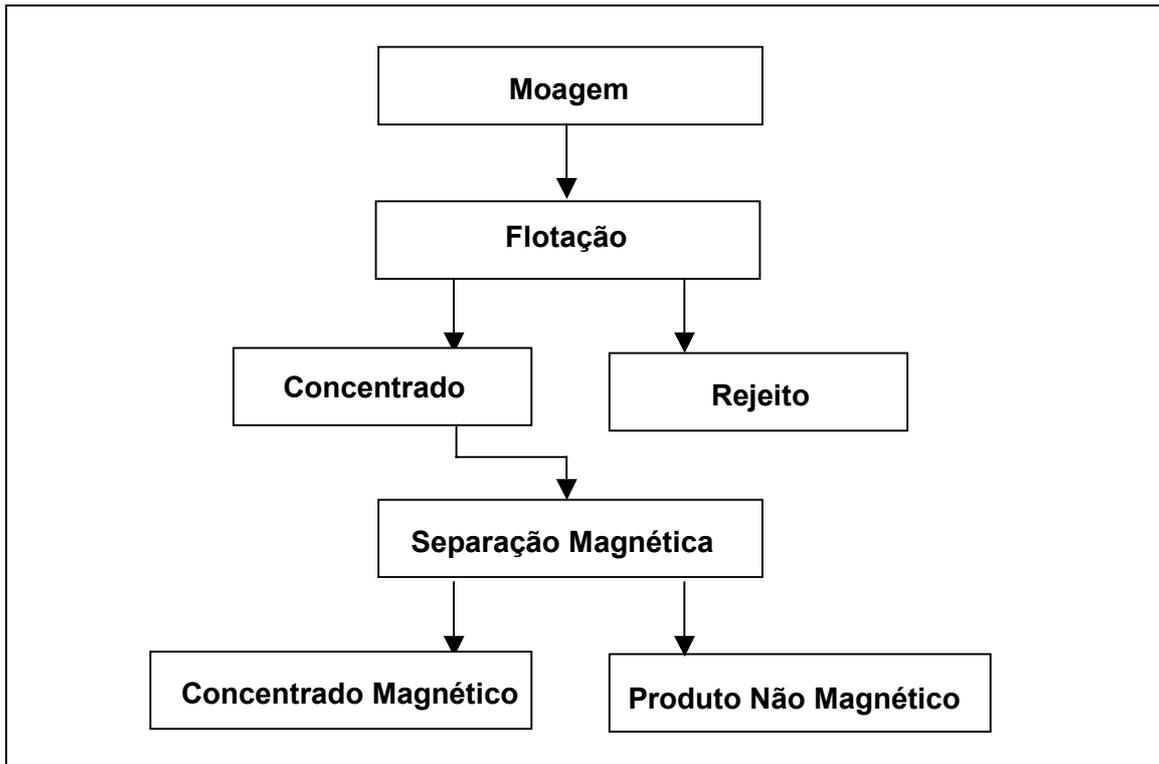


Figura III.1.4 – Diagrama de fluxo das etapas de beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).

#### a) Flotação

O estudo de flotação foi realizado em uma célula DENVER MOD D12 de laboratório, com uma cuba de 5 L e amostras de 1 kg, previamente moídas no moinho de barras.

Optou-se pela flotação reversa do feldspato em relação aos minerais: muscovita e quartzo. O processo foi conduzido em dois estágios: *rougher* e *scavenger*. Assim, o concentrado de feldspato foi a fração não flotada no estágio *scavenger*.

Utilizou-se o reagente Lilafлот 811 M, uma eteramina, utilizada como coletor dos minerais quartzo e muscovita (BRAGA *et al.*, 2005). O pH utilizado foi controlado com auxílio dos ácidos fluorsilícico (H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>) e sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). As condições e os sistemas

de reagentes em que foram realizados os ensaios de flotação estão descritos na Tabela III.1.1.

Tabela III.1.1 - Condições operacionais e sistemas de reagentes do processo de flotação.

			<b><i>Rougher</i></b>	<b><i>Scavenger</i></b>
pH			3	3
Tempo de condicionamento do ácido (min)			5	
Tempo de condicionamento do coletor (min)			1	1
Tempo de flotação (min)			5	3
Rotação durante o condicionamento (rpm)			1400	1400
Rotação durante a flotação (rpm)			1200	1200
% de sólidos no condicionamento			37	18
% de sólidos na flotação			18	18
Ensaio	Tempo de Moagem (min)	Regulador de pH	Sistema de Reagentes (Lilafлот 811 M)	
			Concentração do Coletor (g/t)	
			<b><i>Rougher</i></b>	<b><i>Scavenger</i></b>
1	16	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	400	200
2	16	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	300	150
3	16	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	200	100
4	16	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	100	50
5	16	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	200	100
6	16	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	100	50
7	11	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	200	100
8	21	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	200	100
Lilafлот 811 M- eteramina				

## b) Separação Magnética

Os ensaios de separação magnética com os concentrados de feldspato obtidos pelo processo de flotação inversa foram realizados em um separador magnético a úmido de alta intensidade, modelo *Boxmag Rapid*.

O produto não magnético, o concentrado de feldspato e os rejeitos *rougher* e *scavenger* foram submetidos à análise química por difração de raios-X e espectroscopia de absorção atômica para determinar os teores de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O. A absorção atômica foi realizada no equipamento AA6 *Varian*, com comprimento de onda de 248,3 nm, fenda de 0,5 nm e ar/acetileno.

## III.2- Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

### III.2.1- Fritas

Como matéria-prima principal para a produção das fritas, foi utilizado o feldspato da mineração Armil e Ubaeira, localizadas nos estados do Rio Grande do Norte e da Paraíba. O feldspato da Mineração Armil é proveniente do processo de concentração utilizada na região Borborema-Seridó que é a catação manual e o feldspato da mineração Ubaeira é o produto não magnético do ensaio 8 de beneficiamento. As condições de preparo das fritas e as composições químicas dos feldspatos da Armil, Ubaeira e das fritas estão descritas na Tabela III.2.1.

Baseada na composição padrão da frita, além do acréscimo do feldspato foi necessário a adição das seguintes matérias-primas:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , bórax e  $\text{CeO}_2$ . A quantidade de matéria-prima utilizada (% em peso) para obter as fritas pode ser observada na Tabela III.2.2.

Tabela III.2.1 – Composições químicas (% em peso) dos feldspatos da Armil, Ubaeira e das fritas, bem como suas condições de preparo.

Composição Química dos Feldspatos Armil e Ubaeira					
Feldspato	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$
Armil	66	20	5,90	5,50	0,07
Ubaeira	63	16,95	7,54	3,34	0,04
Condições de Preparo das Fritas					
Frita	Feldspato	Tempo (h)	Temperatura (°C)		
FA3_1200	Armil	3	1.200		
FU3_1200	Ubaeira	3	1.200		
FA2_1300	Armil	2	1.300		
FA2_1400	Armil	2	1.400		
Composição Química Padrão das Fritas (CATTELL, 2005)					
Componentes	% (em peso)		Componentes	% (em peso)	
$\text{SiO}_2$	56,1		$\text{K}_2\text{O}$	11,2	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	19,9		$\text{Na}_2\text{O}$	10,5	
$\text{CeO}_2$	0,7		-	-	

Tabela III.2.2 - Quantidade de matéria-prima (% em peso) utilizada na produção de fritas.

Matérias-primas (% em peso)	Fritas	
	FA3_1200, FA2_1300 e FA2_1400	FU3_1200
Feldspato	77,71	77,30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,65	4,25
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	7,80	4,95
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	8,70	10,5
bórax	2,50	2,40
CeO	0,65	0,60

A mistura de pós foi homogeneizada num grau de ágata vertido num cadinho e levada à mufla. Após a fusão do material, a mistura foi resfriada bruscamente em um recipiente com água e gelo. Esse foi o procedimento utilizado na produção das fritas.

### III.2.2- Sinterização das Fritas

As fritas obtidas foram cominuídas no grau de ágata a uma granulometria inferior a 43 µm (325 mesh), para em seguida serem prensadas (15,4 bar), em molde cilíndrico de aço inox com diâmetro de 0,9 mm. As pastilhas obtidas foram submetidas ao processo de sinterização nas seguintes temperaturas: 900, 1.000 e 1.100°C, por 1 h, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

### III.2.3- Obtenção das Vitrocerâmicas

#### a) Confeção dos Modelos de Cera

Os moldes utilizados na confecção das barras em cera são obtidos pela moldagem de barras acrílicas de dimensões 1,2 X 4 X 20 mm em silicona de adição, Elite Double 8 fabricada pela Zhermack.

Os modelos em cera (Figura III.2.1) são obtidos pelo derretimento da cera, que é depositada no molde de silicona para adquirirem o formato de barra. O *sprue* (amarelo) deve ter 3,00 mm de comprimento.

## b) Obtenção do Revestimento

O revestimento utilizado foi o fosfatado Gilvest HS, importado pela Servo Dental do Brasil. Este foi misturado ao solvente *Speed IPS Empress 2*, fabricado por Ivoclar Vivadent, na seguinte proporção: para cada 160 g de pó de revestimento utilizou-se 40 mL de solvente.

A mistura formada pelo o pó e pelo solvente foi homogeneizada, manualmente, por 15 s e por 45 s no espatulador a vácuo; em seguida, foi depositada no conjunto de embutimento (anel estabilizador, base de *sprue* e anel nivelador), já com o modelo de cera (Figura III.2.1) devidamente limpo e seco. Esse sistema foi colocado em repouso por 30 mim para que ocorresse o endurecimento do revestimento, para finalmente ser retirado o conjunto de embutimento.

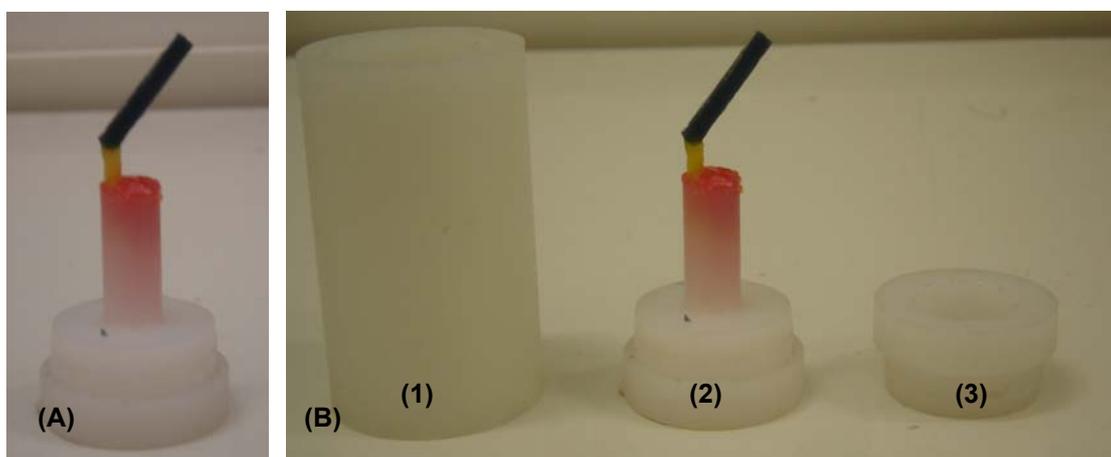


Figura III.2.1 – Em (A) o modelo de cera e em (B) o conjunto de embutimento: (1) anel estabilizador, (2) base de *sprue* (com o modelo em cera) e (3) anel nivelador.

## c) Processo de Cera Perdida

O êmbolo de alumina utilizado na prensagem e o revestimento endurecido foram encaminhados ao forno mufla, à temperatura de 850°C, por um período de 45 min, para que ocorresse a eliminação da cera.

## d) Prensagem a Quente

O conjunto composto pelo revestimento, êmbolo de alumina e pelas pastilhas de fritas sinterizadas foi encaminhado ao forno Ceram Press da NEY (Figura III.2.2), com a temperatura inicial de 700°C e taxa de aquecimento de 60°C/mim e mantido à

temperatura de 1.180°C, por 38 min, sendo que neste patamar a prensagem ocorreu por 18 min, com a pressão de 5 bar.



Figura III.2.2 - Forno Ceram Press da NEY do laboratório de cerâmica dental PEMM/COPPE.

Após o processo de prensagem a quente, o revestimento e o êmbulo de alumina foram retirados do forno e resfriados. A remoção do revestimento foi realizada com o processo de jateamento, que utiliza micro esferas de vidro nas pressões 4,14 e 1,4 bar.

#### III.2.4- Técnicas de caracterização

##### **a) Análise Térmica Diferencial e Análise Gravimétrica (DTA/TGA)**

A análise térmica das fritas foi realizada em um equipamento TGA/DTA simultâneo, modelo SDT 2960 TA *Instruments*, nas seguintes condições de operação: taxa de aquecimento de 10°C/mim, atmosfera de ar sintético e vazão de gás de 100 mL/mim e intervalo de temperatura variando desde a temperatura ambiente até 1.100°C.

### **b) Medidas de difração de raios-X (DRX)**

A estrutura cristalográfica dos pós de frita, das fritas sinterizadas e das vitrocerâmica foi determinada por meio de um difratômetro da marca *Bruker-AXS D5005*, radiação  $\text{CoK}\alpha$  (35kV/40mA);  $2\theta$  por passo, com tempo de contagem de 1 s por passo e coletado de 5 a  $80^\circ 2\theta$ . A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em *software Bruker DiffracPlus*.

### **c) Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

A microestrutura das pastilhas sinterizadas que ficaram em contato com ácido fluorídrico (HF), na concentração de 0,4% (em volume), por 10 s, foi revelada, observando-se as amostras cobertas com prata ao microscópio eletrônico de varredura da marca *Leica*, modelo F440, em modo de alto vácuo.

### **III.2.5- Determinação da Quantidade de Leucita**

A quantidade de leucita foi determinada pelo método do padrão interno, como já mencionado. Para obter a curva de calibração (Figura III.2.3), foi necessária a utilização de cinco padrões, cujas composições químicas podem ser observadas na Tabela III.2.3.

As fritas sinterizadas e as vitrocerâmicas foram cominuídas e, em seguida, sofreram o acréscimo de pó de cobre, de tal forma que este correspondesse a 10% da mistura total (frita sinterizada ou vitrocerâmica mais cobre).

Tabela III.2.3 - Composição química dos padrões da curva de calibração para determinar a quantidade de leucita das fritas sinterizadas e das vitrocerâmicas.

Padrão	% leucita	% $\text{SiO}_2$	% cobre
1	0	90	10
2	20	70	10
3	30	60	10
4	40	50	10
5	50	40	10

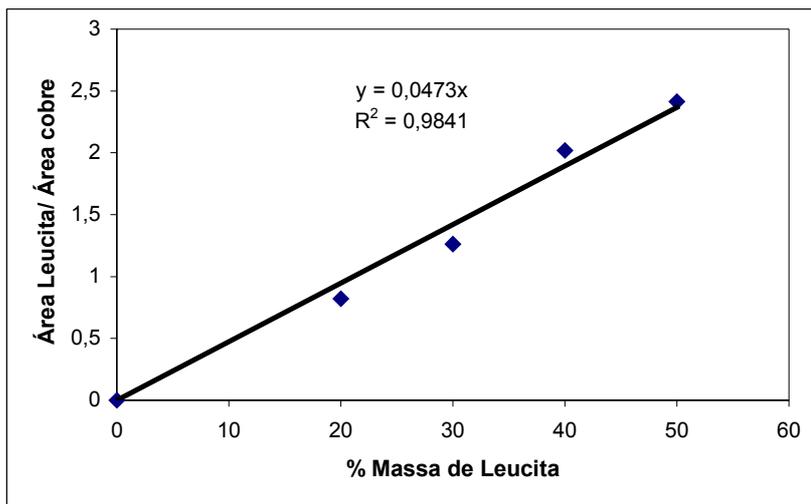


Figura III.2.3 - Curva de calibração utilizada para determinar a quantidade de leucita das fritas sinterizadas e das vitrocerâmicas.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### IV.1- Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)

##### IV.1.1- Caracterização da Amostra Original

A análise do difratograma de raios-X da amostra original (Figura IV.1.1) indica a existência dos seguintes minerais: microclínio, albita, muscovita e quartzo.

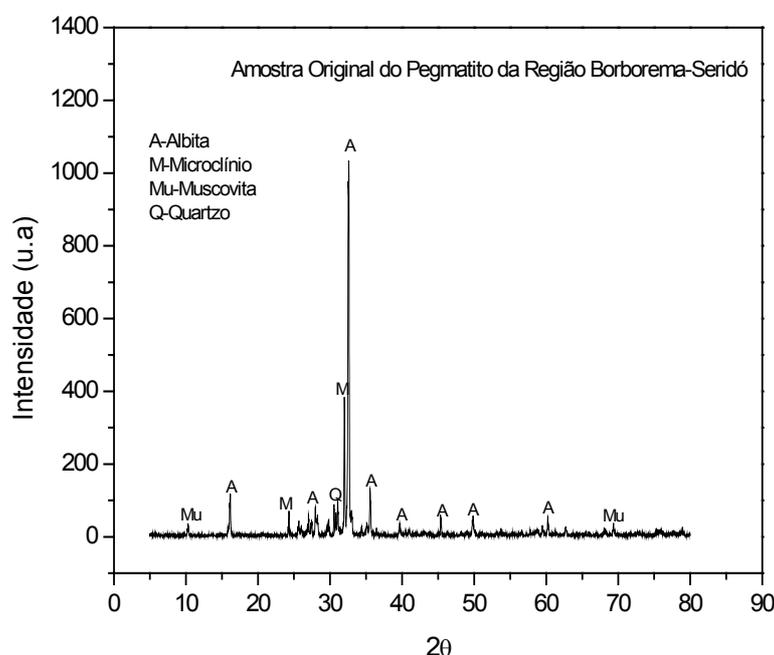


Figura IV.1.1 - Difratograma de raios-X da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó.

Com base nos resultados da análise química por difração de raios-X e por fluorescência de raios-X (Tabela IV.1.1), pode-se concluir que o feldspato é sódico (albita), pois o teor do óxido de sódio é superior ao do óxido potássico. O óxido de ferro deve estar associado à granada. Esta, todavia, não detectada pela análise de difração de raios-X, em decorrência da sua baixa concentração na amostra. Mesmo assim, a granada foi identificada pela análise petrográfica (Figura IV.1.2).

Tabela IV.1.1 – Composição química da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).

Componentes	% (em peso)	Componentes	% (em peso)
SiO <sub>2</sub>	69,22	CaO	0,34
TiO <sub>2</sub>	0,02	MgO	0,08
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18,34	Na <sub>2</sub> O	8,00
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,10	K <sub>2</sub> O	3,25
MnO	0,01	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,34

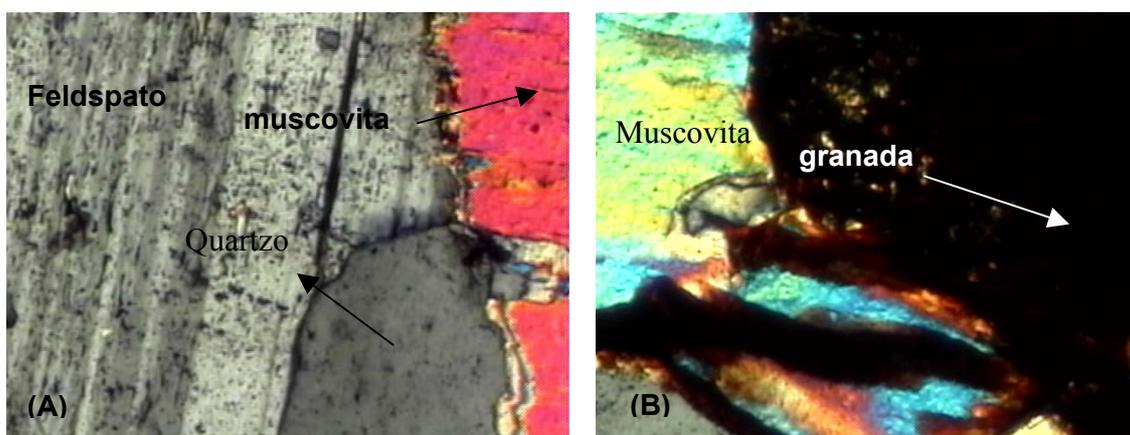


Figura IV.1.2 – Fotomicrografia com luz polarizada em: (A) os minerais de feldspato, quartzo e muscovita e em (B) os minerais muscovita e granada.

As análises química por fluorescência de raios-X (Tabela IV.1.2) e mineralógica por difração de raios-X das frações obtidas na análise granulométrica indicam que em todas as frações há a ocorrência dos minerais de quartzo, muscovita, albita e microclínio.

Tabela IV.1.2 – Composição química e distribuição por fração granulométrica da amostra original.

Abertura (mm)	% retida	Teores (%)					Distribuição (%)				
		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
2,362	2,9	68,66	18,66	0,09	8,04	3,85	2,93	2,87	2,51	2,72	3,34
1,651	22,0	68,33	18,89	0,08	8,61	3,36	22,07	22,00	16,61	22,05	22,05
1,168	20,6	68,08	19,05	0,07	8,76	3,34	20,57	20,77	13,86	20,98	20,56
0,833	12,9	68,45	18,89	0,08	8,71	3,14	12,97	12,91	9,85	13,08	12,11
0,589	11,9	68,53	18,83	0,07	8,52	3,39	11,93	11,82	7,87	11,75	12,00
0,417	7,1	68,70	18,71	0,08	8,59	3,23	7,17	7,05	5,42	7,11	6,86
0,295	4,9	68,61	18,73	0,09	8,59	3,24	4,88	4,81	4,13	4,85	4,69
0,208	4,6	68,07	19,15	0,13	8,53	3,42	4,57	4,64	5,65	4,54	4,68
0,147	2,0	68,27	18,82	0,15	8,77	3,22	1,99	1,98	2,80	2,02	1,91
0,104	3,8	67,87	19,05	0,20	8,61	3,51	3,81	3,85	7,24	3,83	4,01
0,074	1,8	67,44	19,22	0,31	8,61	3,68	1,74	1,79	5,20	1,76	1,94
0,053	1,9	67,84	19,05	0,31	8,60	3,44	1,93	1,96	5,70	1,94	1,99
0,043	0,2	67,65	19,18	0,33	8,47	3,58	0,20	0,20	0,63	0,20	0,22
0,037	0,6	67,66	19,06	0,36	8,51	3,58	0,64	0,65	2,19	0,64	0,69
-0,037	2,6	67,23	19,34	0,41	8,24	3,77	2,60	2,70	10,33	2,53	2,97

Para que o feldspato seja utilizado na produção de cerâmica odontológica, é necessária a remoção da muscovita, do quartzo e dos minerais portadores de ferro. Com essa finalidade, foram realizados, em laboratório, ensaios de concentração por flotação e separação magnética a úmido.

A observação das frações da análise granulométrica na microscopia eletrônica de varredura e na lupa binocular indicam que os minerais de quartzo, muscovita e feldspato encontram-se liberados na granulometria inferior a 417 µm (35 mesh) (Figura IV.1.3).

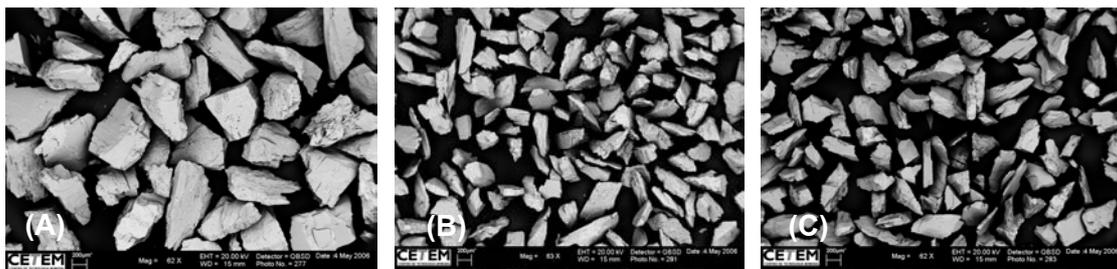


Figura IV.1.3 - Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN) das frações retidas em: (A) 0,417 mm, (B) 0,295 mm e (C) 0,208 mm.

#### IV.1.2- Curva de Moagem

Os tempos de moagens necessários para obter 80% passante da amostra original nas seguintes frações: 417  $\mu$ m (35 mesh), 295  $\mu$ m (48 mesh) e 208  $\mu$ m (65 mesh) são, respectivamente, 11, 16 e 21 min, como pode ser observado na Figura IV.1.4.

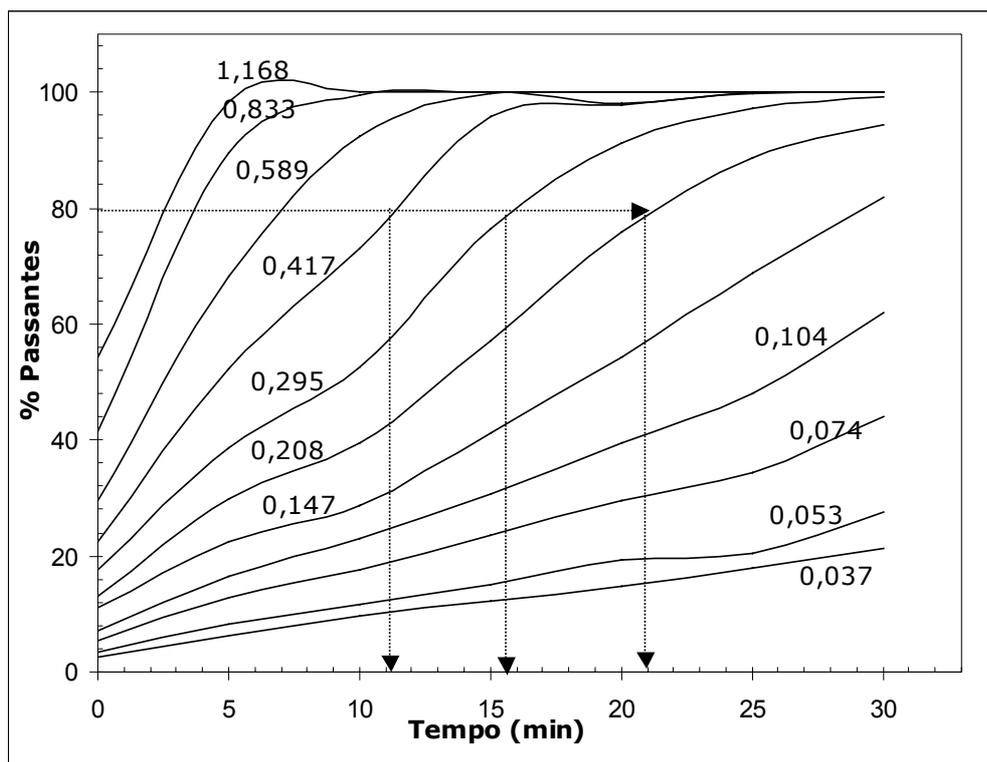


Figura IV.1.4 - Curva de moagem da amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (abertura das peneiras em mm).

#### **IV.1.3- Determinação do Índice de Trabalho (WI)**

Na Tabela IV.1.3 constam os resultados das análises granulométricas relativas à alimentação e ao produto final do ensaio de moabilidade para a amostra original do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN). Com esses dados foram traçadas as curvas da Figura IV.1.5. Desse modo, foi possível determinar o valor da abertura da peneira pela qual passam 80% da alimentação ( $A_{80}$ ) e do produto ( $P_{80}$ ) utilizados no cálculo do índice de moabilidade pela Equação III.1.2.

Tabela IV.1.3 – Resultados da análise granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em moinho Bond para determinação do WI.

Alimentação			
Fração (µm)	(%)		
	Retido	Acumulado	Passante
2362	2,91	2,91	97,09
1651	22,05	24,96	75,04
1168	20,63	45,59	54,41
833	12,94	58,53	41,47
589	11,88	70,41	29,59
417	7,13	77,54	22,46
295	4,86	82,40	17,60
208	4,58	86,98	13,02
147	1,99	88,97	11,03
104	3,83	92,80	7,20
74	1,77	94,56	5,44
53	1,95	96,51	3,49
43	0,20	96,71	3,29
+37	0,64	97,36	2,64
-37	2,64	100	0
	100	-	-
Produto Final			
Fração (µm)	(%)		
	Retido	Acumulado	Passante
105	35,44	35,44	66,56
74	16,39	41,97	58,03
53	17,45	59,42	40,58
44	1,38	60,80	39,20
37	4,59	65,39	34,61

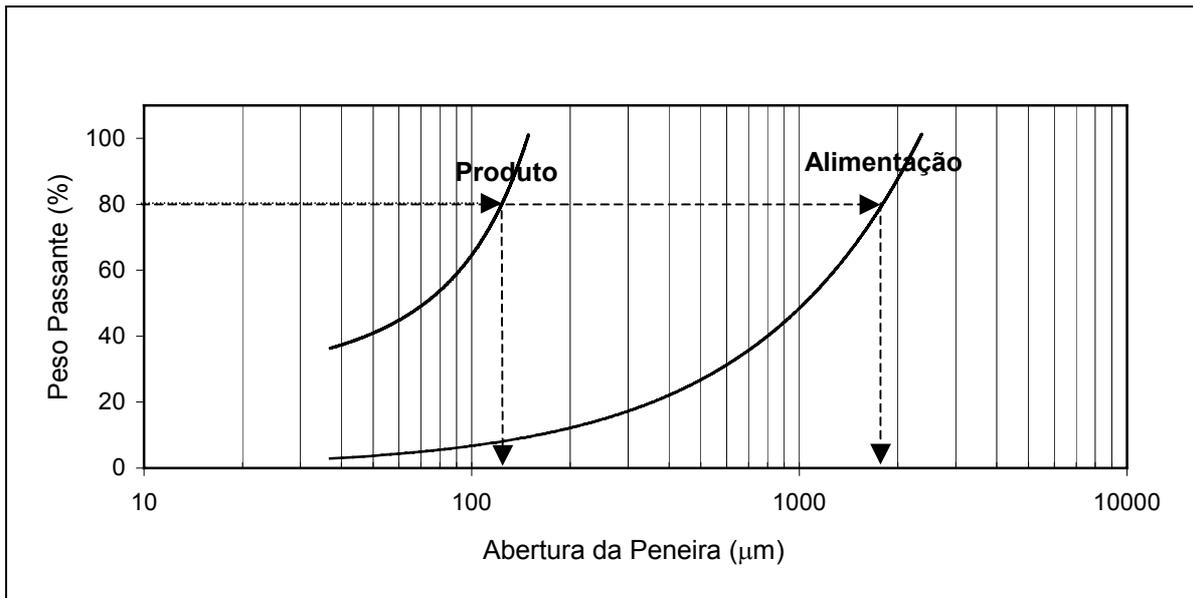


Figura IV.1.5 - Curva de distribuição granulométrica da alimentação e do produto final resultante da moagem em moinho Bond para determinação do WI.

Conhecendo-se o valor do índice de moabilidade do minério (2,17 g/rot), foi possível obter o valor de WI do minério de feldspato, segundo os cálculos abaixo:

$$WI = \frac{44,5}{147^{0,23} \times 2,17^{0,82} \times 10 \times [125^{-0,5} \times 1875^{-0,5}]} \times 1,1$$

$$WI = 12,41 \text{ kWh / t}$$

Após a obtenção do valor de WI do minério, procedeu-se o cálculo da energia necessária para moer 1 t do minério, segundo a Equação III.1.2.

$$E = 10 \times 12,41 \times [(125)^{-0,5} - (1875)^{-0,5}]$$

$$E = 8,24 \text{ kWh / t}$$

#### IV.1.4- Ensaios de Beneficiamento

A amostra original foi moída em moinho de barras e, em seguida, submetida ao processo de flotação. Este processo consistiu de duas etapas: *rougher* e *scavenger*. O concentrado *scavenger* da flotação foi encaminhado à separação magnética a úmido para remoção dos minerais portadores de ferro, obtendo então a fração não magnética, como concentrado final de feldspato.

Na Tabela IV.1.4 observa-se a análise química por absorção atômica da amostra original e dos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento

Tabela IV.1.4 – Composição química da amostra original e dos produtos não magnéticos dos ensaio de beneficiamento.

	Teores (%)				
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Amostra Original	69,22	18,34	8,00	3,25	0,10
Ensaio 1	69,8	16,28	5,26	3,39	0,03
Ensaio 2	71,8	16,33	5,55	3,75	0,02
Ensaio 3	73,4	13,15	4,95	3,28	0,03
Ensaio 4	67,9	12,29	5,05	2,75	0,03
Ensaio 5	66,5	13,86	6,71	2,90	0,05
Ensaio 6	65,7	16,92	6,54	2,79	0,04
Ensaio 7	65,8	16,82	7,80	3,36	0,03
Ensaio 8	63	16,95	7,54	3,34	0,04

As Figura IV.1.6 a IV.1.9 ilustram os difratogramas de raios-X referentes à amostra original, ao produto não magnético, ao rejeitos *rougher* e *scavenger* dos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4

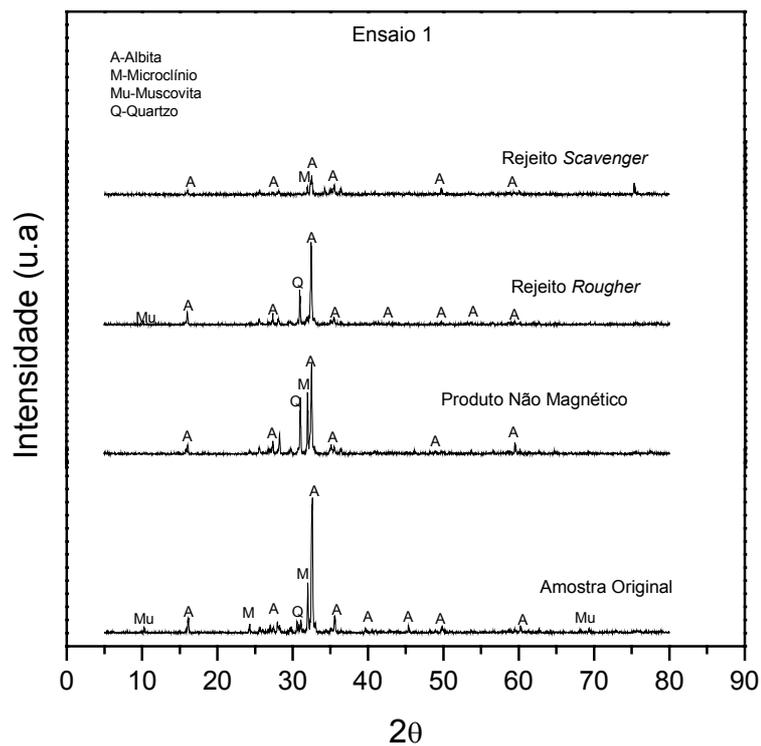


Figura IV.1.6 – Difratoformas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 1 de beneficiamento).

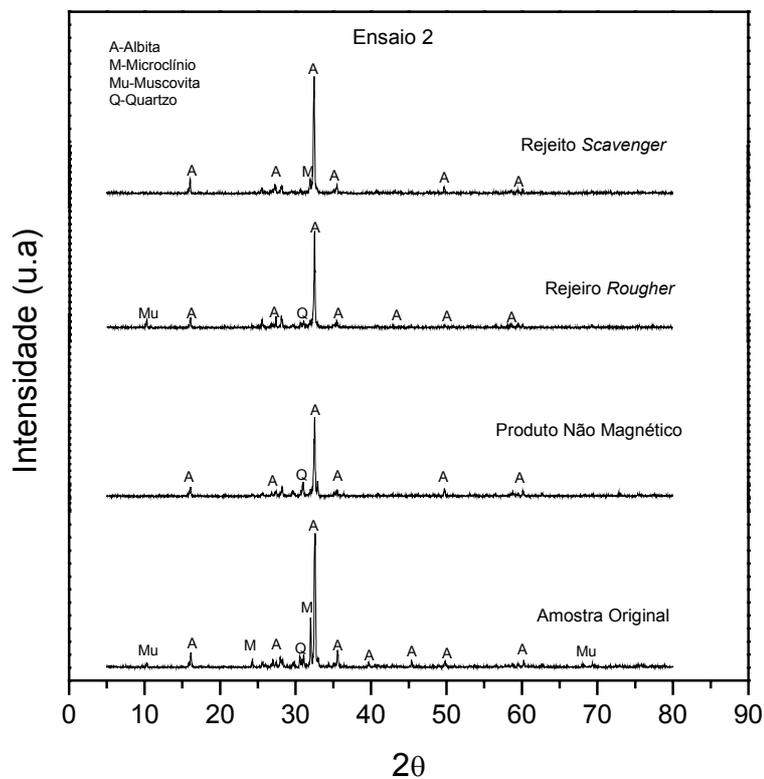


Figura IV.1.7 – Difratoformas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 2 de beneficiamento).

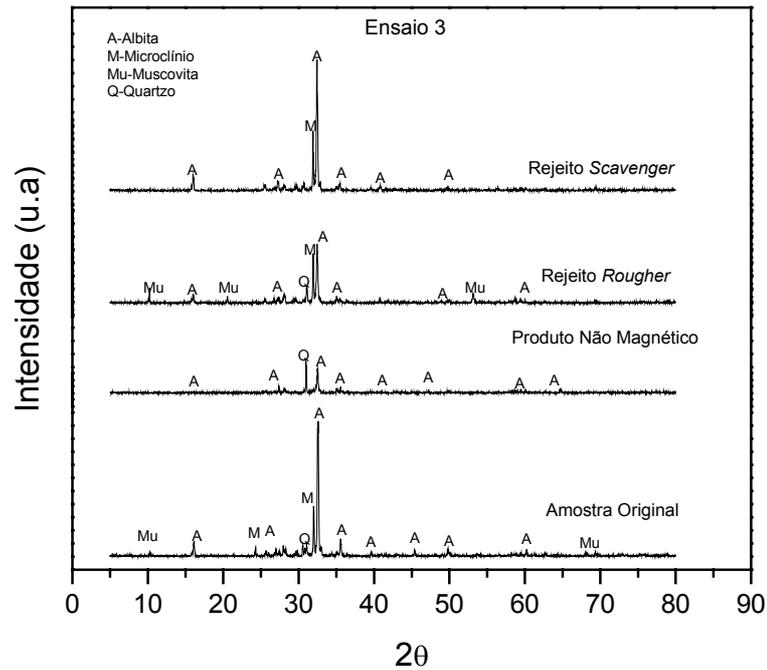


Figura IV.1.8 – Difratoogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 3 de beneficiamento).

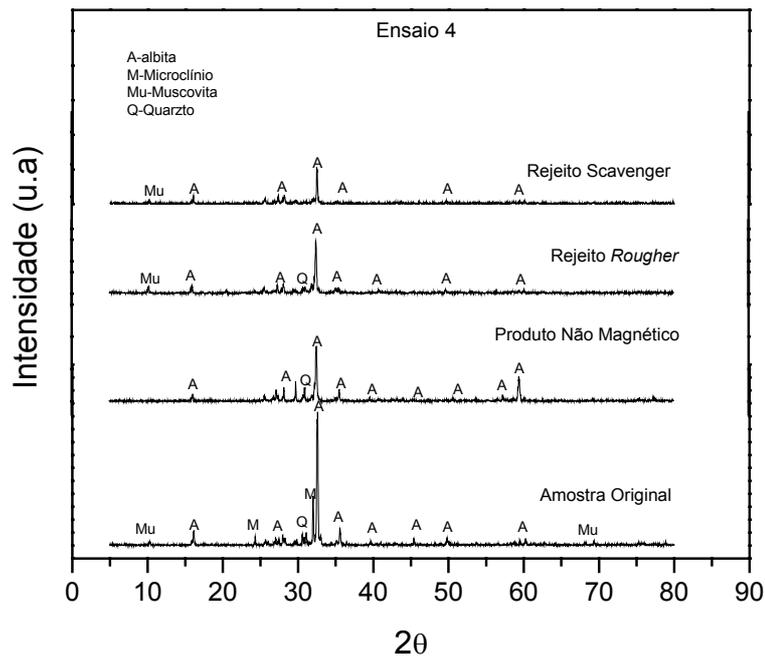


Figura IV.1.9 – Difratoogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 4 de beneficiamento).

Nos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4, nos quais foi utilizado o ácido fluorsilícico como regulador de pH, os íons fluoreto adsorvidos na superfície do feldspato, da muscovita e do quartzo, ativaram a superfície da muscovita e do feldspato, funcionando como depressor de quartzo (SMITH e AKHTAR, 1976). Nesses ensaios, não foi observada a existência de muscovita, porém elevou-se a

concentração de quartzo no produto não magnético. Esse fato foi corroborado pela análise química dos ensaios de 1 a 4 (Tabela IV.1.4), na qual pode-se observar o aumento do teor de  $\text{SiO}_2$  nos concentrados de feldspatos, e pelos resultados da difração de raios-X do produto não magnético (Figuras IV.1.6 a IV.1.9), nos quais o pico de quartzo é mais intenso no produto não magnético do que na amostra original.

Na análise dos difratogramas das Figuras IV.1.6 a IV.1.9, constata-se a ocorrência dos minerais albita e microclínio nos rejeitos *rougher* e *scavenger*. Isso indica que o coletor utilizado não foi muito seletivo e, por esse motivo, não houve um aumento no teor de álcalis ( $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ ) no produto não magnético.

A Figura IV.1.10 ilustra a influência da concentração do coletor sobre as recuperações mássica e metalúrgica e sobre os teores dos componentes  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nos concentrados *rougher*, *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento de 1 a 4.

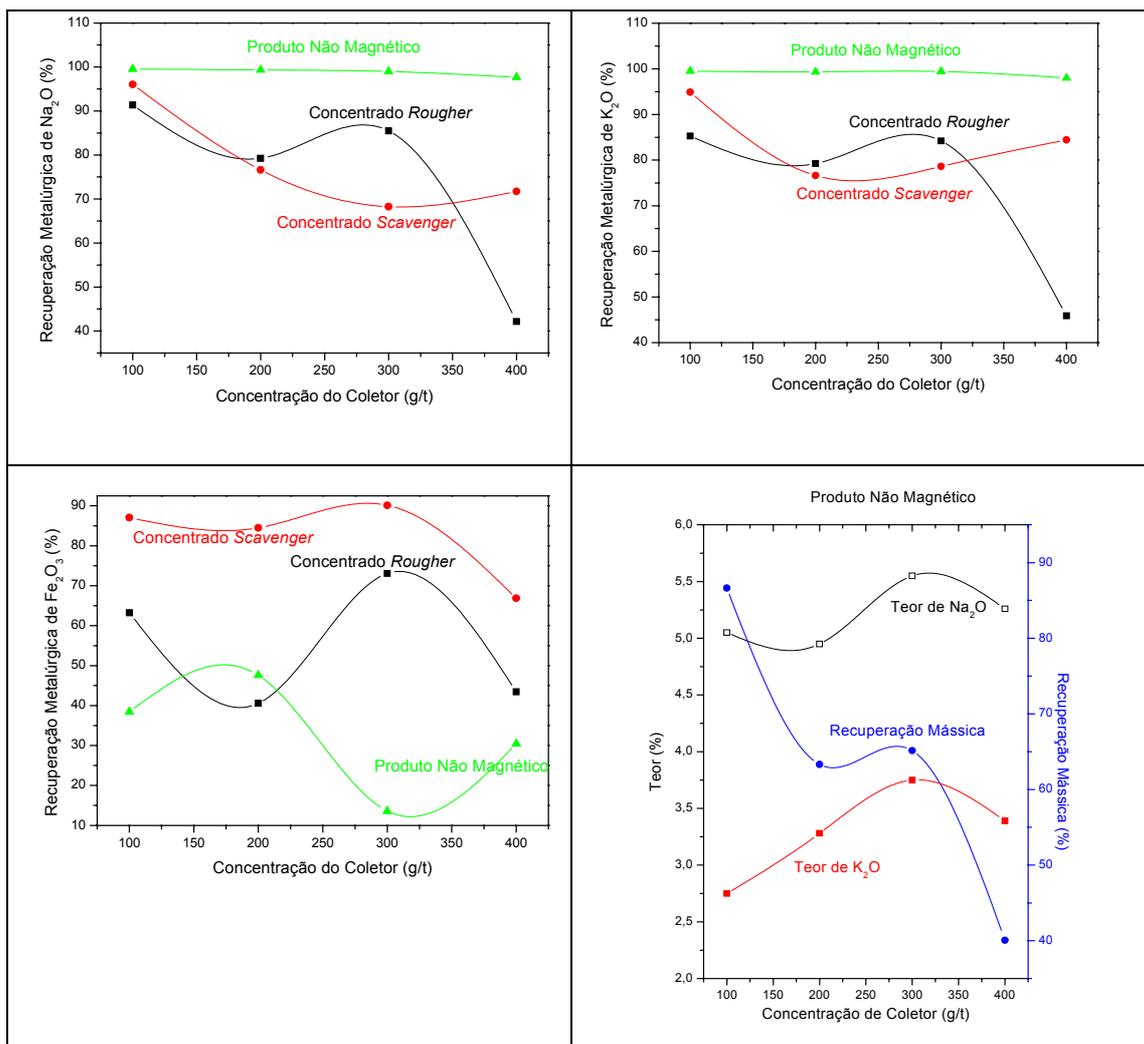


Figura IV.1.10 - Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados *rougher*, *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4.

Os melhores resultados foram obtidos com 100 e 50 g/t de coletor, nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente (ensaio 4). Neste ensaio, a recuperação dos álcalis ( $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ ) foi superior a 80% e a recuperação mássica do produto não magnético em torno de 86%. O segundo melhor resultado foi obtido pelo ensaio 3 (200 e 100 g/t de coletor nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente), no qual a recuperação de álcalis ( $\text{K}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O}$ ) foi de aproximadamente 80% e recuperação mássica na ordem de 65%.

A menor recuperação metalúrgica de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  no produto não magnético (aproximadamente 15%) e os melhores teores de álcalis ( $\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$ ) foram obtidos no ensaio que utilizou 300 e 150 g/t do coletor nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente (ensaio 2). Desse modo, escolheram-se as concentrações dos ensaios 3 e 4 para realizações dos ensaios de beneficiamento 5 e 6, porém modificou-se o regulador de pH.

Nos ensaios de beneficiamento 5 e 6, foi utilizado o ácido sulfúrico como regulador de pH. A análise química destes ensaios (Tabela IV.1.4) indica que houve uma diminuição no teor de SiO<sub>2</sub> no produto não magnético.

Os difratogramas das Figuras IV.1.11 e IV.1.12 ilustram a ausência do mineral muscovita no produto não magnético e a ocorrência do mineral quartzo nos rejeitos *rougher* e *scavenger*, o que indica a seletividade do coletor aos minerais muscovita e quartzo. Porém, o coletor não foi seletivo aos minerais albita e microclínio, pois houve a ocorrência destes minerais nos rejeitos *rougher* e *scavenger* dos ensaios 5 e 6. Por esta razão, se comparado ao teor da amostra original, o teor de álcalis não aumentou no produto não magnético.

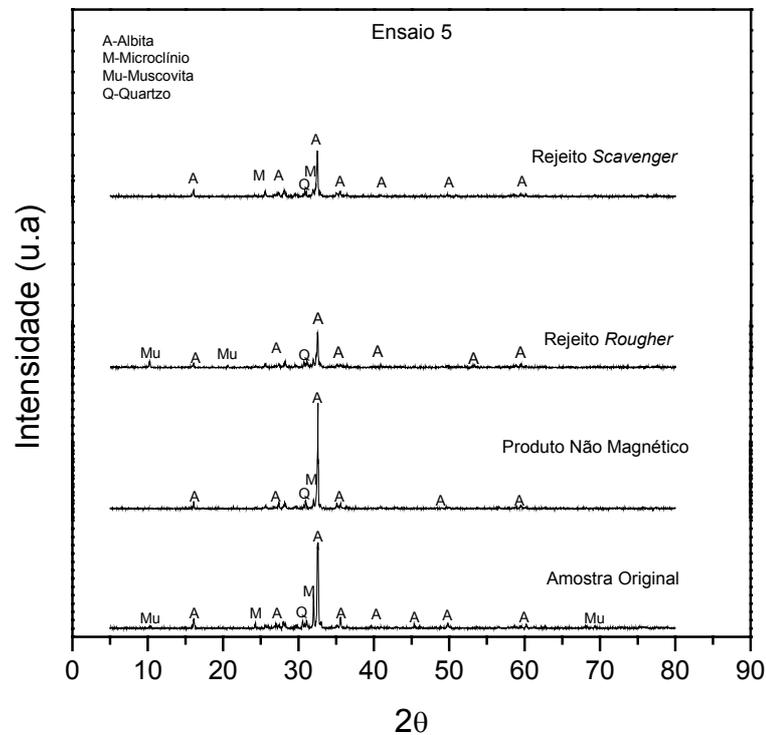


Figura IV.1.11 – Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 5 de beneficiamento).

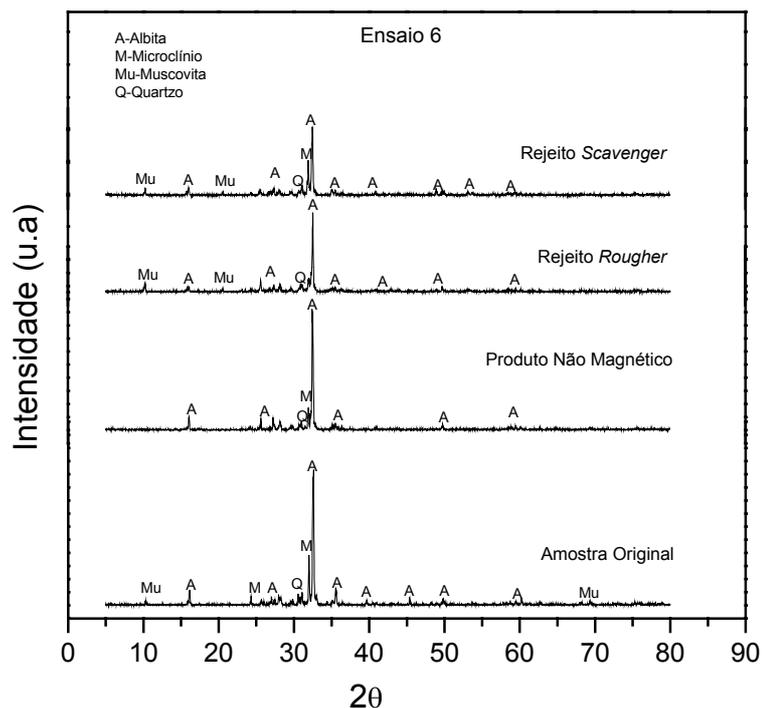


Figura IV.1.12 – Difratogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 6 de beneficiamento).

Na Figura IV.1.13, consta a influência da concentração do coletor sobre as recuperações mássica e metalúrgica e sobre os teores dos componentes  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nos concentrados *rougher* e *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 5 e 6, que utilizaram como regulador de pH o ácido sulfúrico.

O ensaio 6 (100 e 50 g/t de coletor nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente) obteve os melhores resultados na recuperação mássica do produto não magnético. A recuperação metalúrgica dos álcalis foi superior a 90%. Observou-se também menor recuperação metalúrgica de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  no produto não magnético (aproximadamente a 45%).

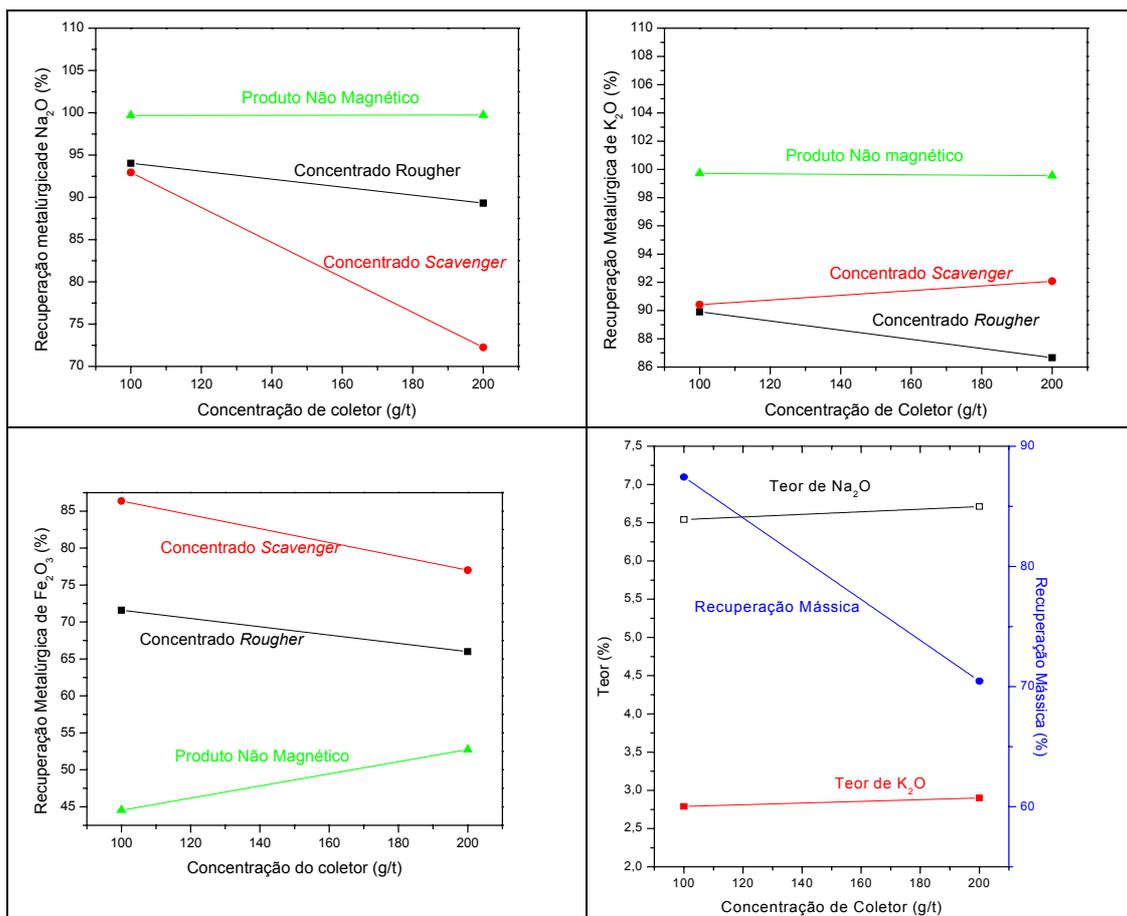


Figura IV.1.13 - Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados *rougher*, *scavenger* e produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 5 e 6.

Como a finalidade era obter um concentrado de feldspato para ser utilizado na produção de uma cerâmica odontológica com a seguinte composição química (% em peso): 56,1 de SiO<sub>2</sub>, 20 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 10,1 de Na<sub>2</sub>O, 11,2 de K<sub>2</sub>O e 0,7 de CeO<sub>2</sub>, verificou-se, por meio dos cálculos estequiométricos para calcular a quantidade de matéria-prima a ser utilizada, baseada na composição padrão da frita (Anexo 1), que quanto maior o teor de SiO<sub>2</sub> no produto não magnético, maior era a quantidade a ser acrescentada das seguintes matérias-primas: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Dentro deste contexto foram realizados os ensaios 7 e 8, com a finalidade de obter um menor teor de sílica.

O menor teor de SiO<sub>2</sub> foi obtido no ensaio 8 (tempo de moagem 21 mim, regulador de pH: ácido sulfúrico e dosagem do coletor: 200 e 100 g/t, nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente). Esse fato foi corroborado pela análise química do concentrado não magnético (Tabela IV.1.4) e pela comparação dos difratogramas dos concentrados não magnéticos dos ensaios 7 e 8 (Figuras IV.1.14 e IV.1.15), nos quais o pico de quartzo foi mais intenso no concentrado não magnético do ensaio 7 do que no ensaio 8, comparado com o pico deste mineral na amostra original. Porém,

houve ocorrência dos minerais albita e microclínio nos rejeitos *rougher* e *scavenger*. Conclui-se que o coletor utilizado não foi muito seletivo e, por este motivo, não houve aumento no teor de álcalis no produto não magnético quando comparado com a amostra original.

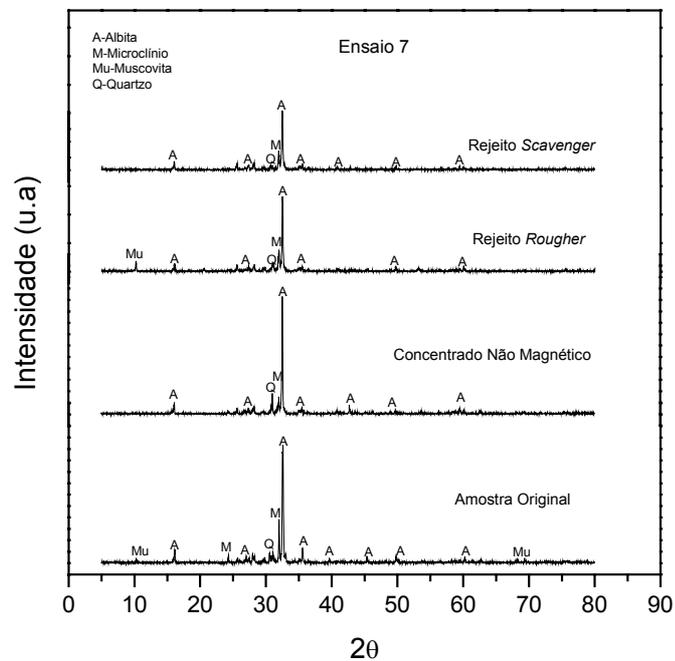


Figura IV.1.14 – Difractogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 7 de beneficiamento).

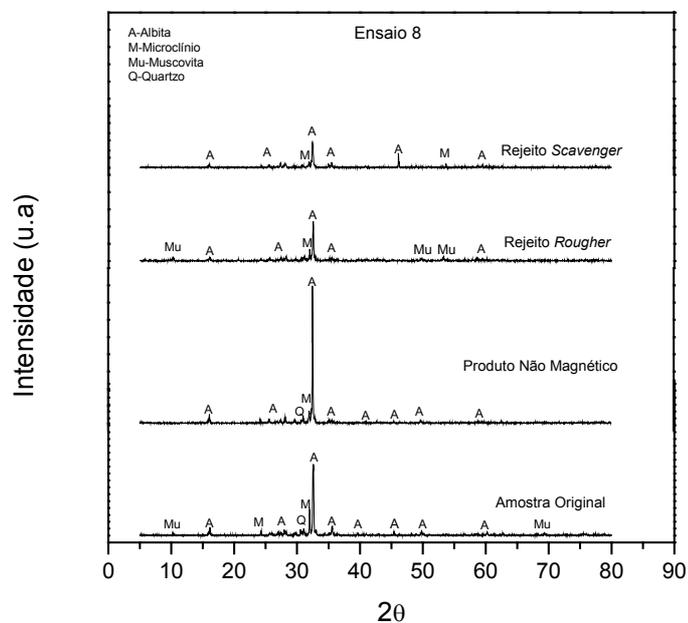


Figura IV.1.15 – Difractogramas de raios-X da amostra original, do produto não magnético, dos rejeitos *rougher* e *scavenger* (ensaio 8 de beneficiamento).

## IV.2. - Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

### IV.2.1- Caracterização das Fritas

A avaliação dos difratogramas de raios-X (Figura IV.2.1) indica que as fritas são vítreas, com um perfil difratométrico caracterizado por halo centrado em torno de  $2\theta = 33^\circ$  característico da formação de materiais vítreos.

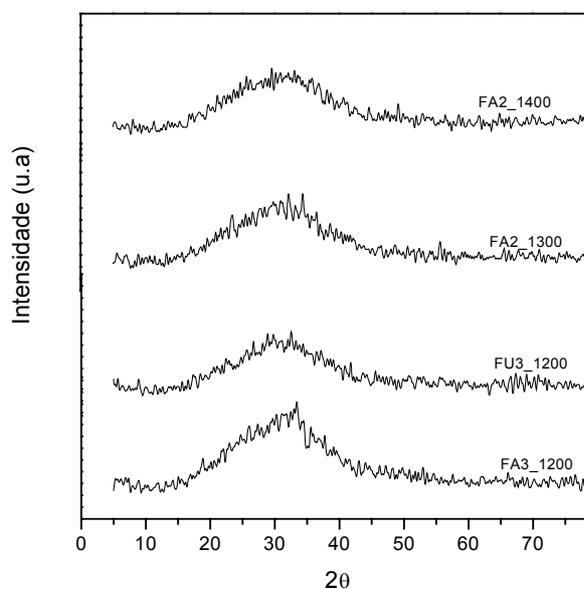


Figura IV.2.1 - Difratogramas de raios-X da fritas FA3\_1200, FU3\_1200, FA2\_1300 e FA2\_1400.

Na curva de DTA/TGA da frita FA3\_1200 (Figura IV.2.2 (A)), há um pico endotérmico na temperatura de  $164^\circ\text{C}$  e outro exotérmico na temperatura de  $800^\circ\text{C}$ .

Uma provável explicação para a ocorrência do pico endotérmico a  $164^\circ\text{C}$  é a perda de água livre (umidade), fato confirmado pela redução da massa no intervalo de temperatura de 0 a  $300^\circ\text{C}$ .

O pico exotérmico ( $800^\circ\text{C}$ ) está relacionado à cristalização de leucita, que foi comprovada pelo difratograma de raios-X (Figura IV.2.2 (B)) da pastilha sinterizada na temperatura de  $800^\circ\text{C}$ , por 30 min e, posteriormente, submetida ao choque térmico ao entrar em contato com água gelada.

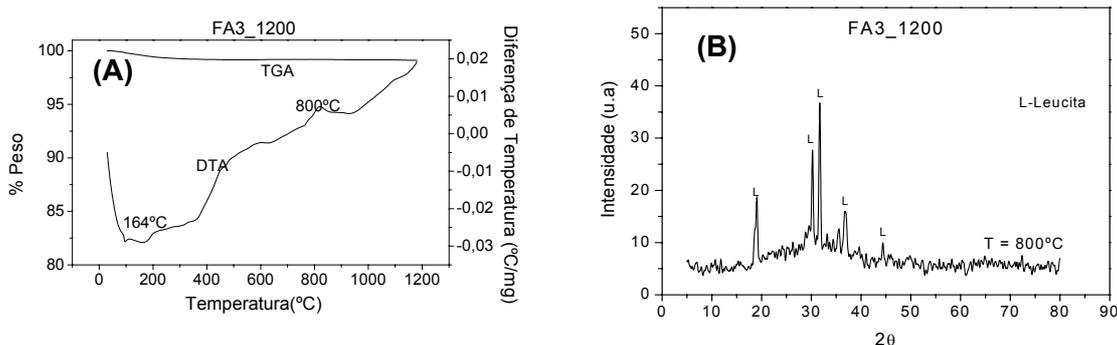


Figura IV.2.2 – Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita FA3\_1200 e em (B) difratograma de raios-X da frita FA3\_1200, sinterizada na temperatura de 800°C.

Na Figura IV.2.3, observam-se dois picos endotérmicos nas temperaturas de 90 e 920°C e um pico exotérmico na temperatura de 740°C.

O pico endotérmico correspondente à temperatura de 90°C está relacionado à perda de água livre (umidade), em decorrência do resultado do ensaio termogravimétrico (TGA), que evidêcia uma perda de massa no intervalo de temperatura de 0 a 300°C. Já o pico endotérmico (920°C) está relacionado à dissolução de leucita na matriz vítrea (ARAÚJO,1998 e GUPTA *et. al*, 2003)). O pico exotérmico (740°C) está relacionado à cristalização de leucita.

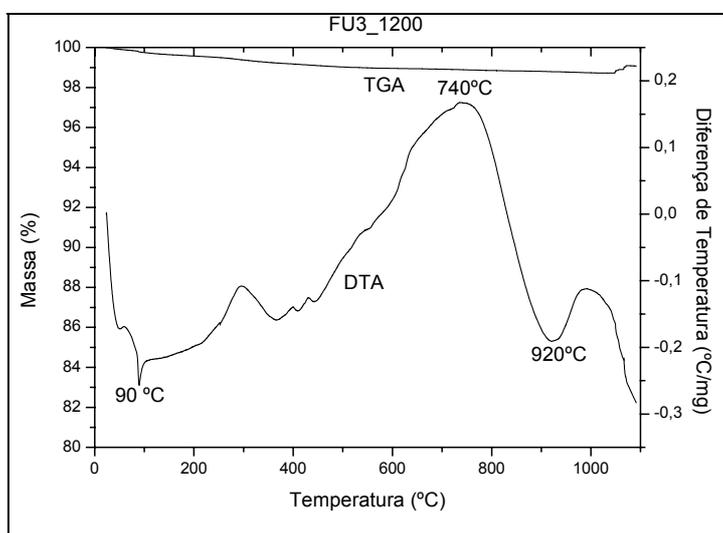


Figura IV.2.3 – Representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita FU3\_1200.

A análise do comportamento térmico da frita da FA2\_1300 (Figura IV.2.4), revela um pico endotérmico na temperatura 161°C, que está relacionado à perda de água livre (umidade), fato confirmado pelo ensaio termogravimétrico (TGA), na qual indica perda de massa no intervalo de temperatura de 0 a 300°C.

Para verificar a formação de alguma fase cristalina na temperatura de 460°C, foi realizada a difração de raios-X da pastilha sinterizada por 30 min, nesta temperatura (Figura IV.2.4). Em seguida, a pastilha foi submetida ao choque térmico, ao entrar em contato com água gelada. Constatou-se no difratograma a ocorrência de um halo centrado em torno de  $\theta = 33^\circ\text{C}$ , característico de materiais vítreos e ausência de fase cristalina.

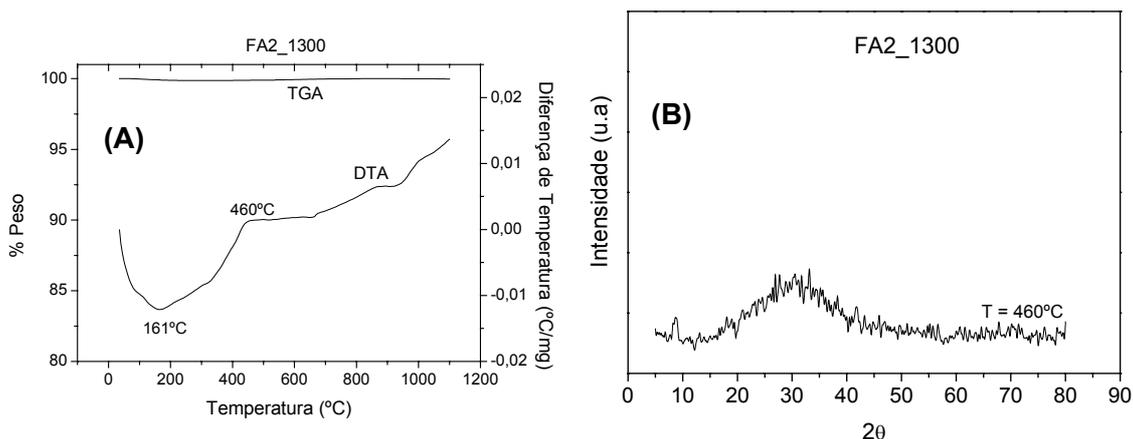


Figura IV.2.4 – Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita FA2\_1300 e em (B) difratograma de raios-X da frita FA2\_1300, sinterizada na temperatura de 460°C.

A Figura IV.2.5 ilustra a curva de DTA da frita FA2\_1400, na qual há um pico endotérmico a 180°C e um exotérmico na temperatura de 884°C.

O pico endotérmico está relacionado à perda de água livre (umidade), comprovado pelo ensaio termogravimétrico (TGA), que revelou a redução de massa no intervalo de temperatura de 0 a 400°C.

Para verificar a formação de alguma fase cristalina à temperatura de 460°C, foi realizada a difração de raios-X da pastilha sinterizada nesta temperatura, por 30 min (Figura IV.2.5). Em seguida, a pastilha foi submetida ao choque térmico, ao entrar em contato com a água gelada. Constatou-se que o difratograma possui um halo centrado em torno de  $\theta = 33^\circ\text{C}$ , característico de materiais vítreos e ausência de fase cristalina.

Já à temperatura de 884°C, o difratograma de raios-X da pastilha sinterizada nesta temperatura ilustra a ocorrência de duas fases cristalinas: leucita ( $\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.4\text{SiO}_2$ ) e microclínio ( $\text{K}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3.6\text{SiO}_2$ ), esta último em estado transitório.

À temperatura de 1.033°C, o difratograma de raios-X revelou a ocorrência de uma única fase cristalina, que é a leucita. Tal fato pode ser explicado pelo aumento da temperatura, que provavelmente favoreceu a mudança da fase cristalina microclínio para leucita.

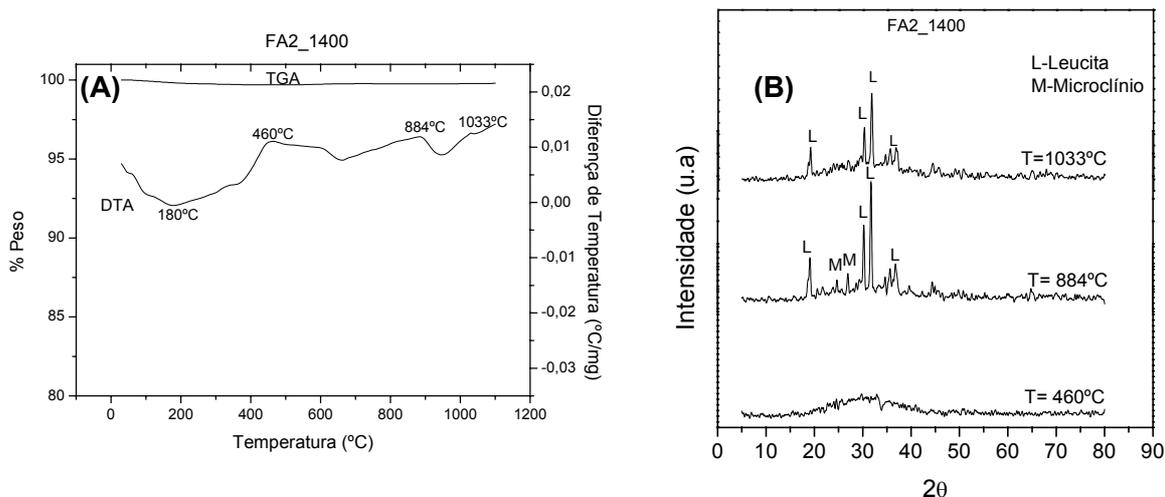


Figura IV.2.5 – Em (A) representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita FA2\_1400 e em (B) difratogramas de raios-X da frita FA2\_1400, sinterizada nas seguintes temperaturas: 460, 884 e 1033°C.

#### IV.2.2- Sinterização das Fritas

Os cristais de leucita foram identificados por meio da análise de difração de raios-X do pó das fritas: FA3\_1200, FU3\_1200, FA2\_1300 e FA2\_1400, sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C (Figuras IV.2.6 e IV.2.7).

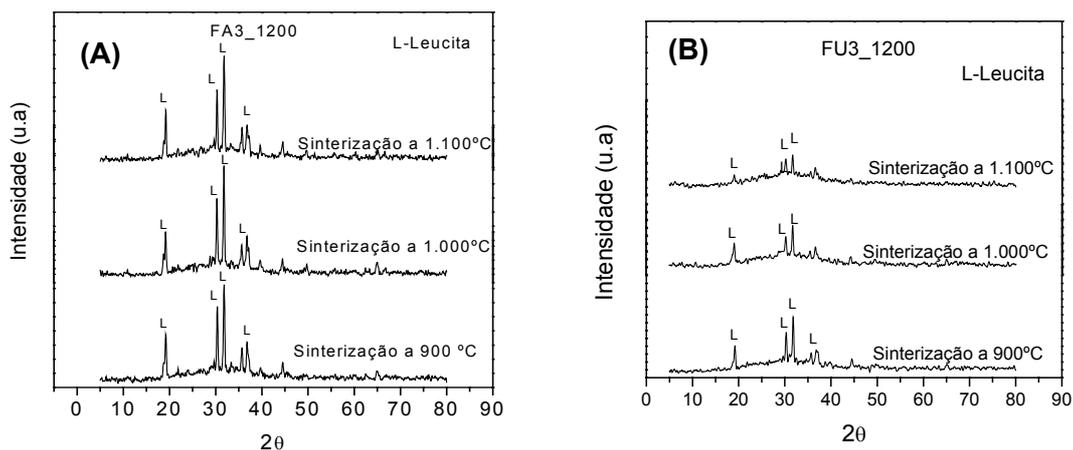


Figura IV.2.6 - Difratogramas de raios-X da frita em (A) FA3\_1200 e em (B) FU\_1200, sinterizadas a 900°C, 1.000°C e 1.100 °C.

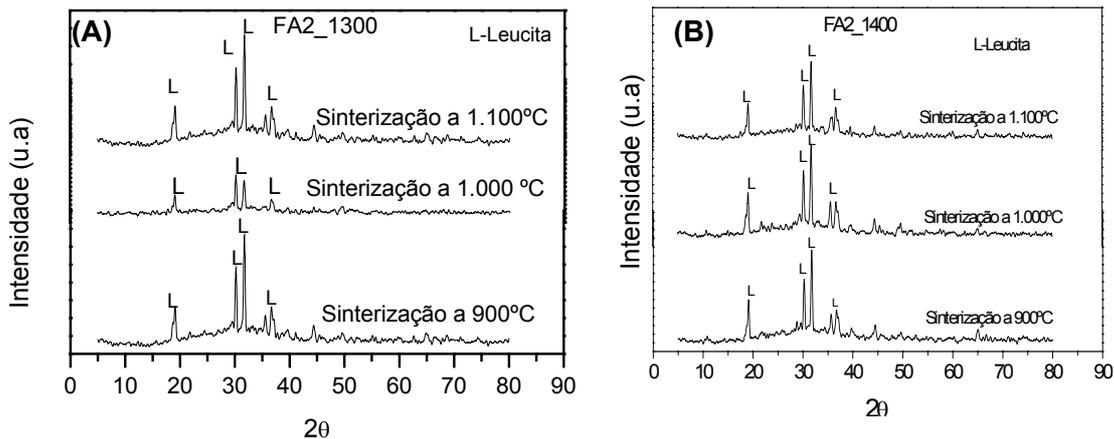


Figura IV.2.7 - Difratomogramas de raios-X da frita em (A) FA2\_1300 e em (B) FA2\_1400, sinterizadas a 900°C, 1.000°C e 1.100 °C.

A Tabela IV.2.1 contém a percentagem dos cristais de leucita das fritas FA3\_1200, FU3\_1200, FA2\_1300 e FA2\_1400, sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C, determinada pelo método do padrão interno (ONG *et al.*, 1999).

Observa-se na Tabela IV.2.1 que a frita FU3\_1200, sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C, foi a que proporcionou menor quantidade de leucita. O aumento da temperatura de sinterização favoreceu a diminuição da percentagem de leucita nessa frita. Uma provável explicação para tal fato concerne ao pico exotérmico (720°C) em que ocorreu a máxima cristalização de leucita (Figura IV.2.3), acompanhada por um pico endotérmico (920°C), em que ocorreu a dissolução de leucita. Nesse caso, há indícios de que nas temperaturas superiores a aproximadamente 800°C ocorra o fenômeno da dissolução de leucita na matriz vítrea.

As fritas FA3\_1200, FA2\_1300 e FA3\_1400, sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C, caracterizam-se pela percentagem de leucita dentro do seguinte intervalo: 35 a 45%. De acordo com a literatura, as porcelanas leucíticas com essa concentração de leucita possuem elevada tenacidade à fratura, porém uma menor Resistência à flexão (MORENA *et al.*, 1998).

As pastilhas sinterizadas da frita FA3\_1200 apresentam maiores concentrações de cristais de leucita, quando comparadas com as outras fritas sinterizadas. Uma provável explicação para este fato é que a estrutura da frita FA3\_1200 não está completamente amorfa, sendo composta por microcristais devido à baixa temperatura de fusão. Estes microcristais acabam funcionando como sementes de cristalização.

Tabela IV.2.1 - Quantidade de leucita (% peso), determinada pelo método do padrão interno das fritas FA3\_1200, FU3\_1200, FA2\_1300 e FA2\_1400 sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.

Fritas	% Leucita	Fritas	% Leucita
FA3_1200 Sint. 900°C	42,49	FA2_1300 Sint. 900°C	34,33
FA3_1200 Sint. 1.000°C	48,03	FA2_1300 Sint. 1.000°C	28,53
FA3_1200 Sint. 1.100°C	36,81	FA2_1300 Sint. 1.100°C	33,42
FU3_1200 Sint. 900°C	20,45	FA2_1400 Sint. 900°C	27,62
FU3_1200 Sint. 1.000°C	19,16	FA2_1400 Sint. 1.000°C	30,50
FU3_1200 Sint. 1.100°C	17,12	FA2_1400 Sint. 1.100°C	28,32
Sint.-Sinterização			

Fonte: ONG *et al.*, 1999.

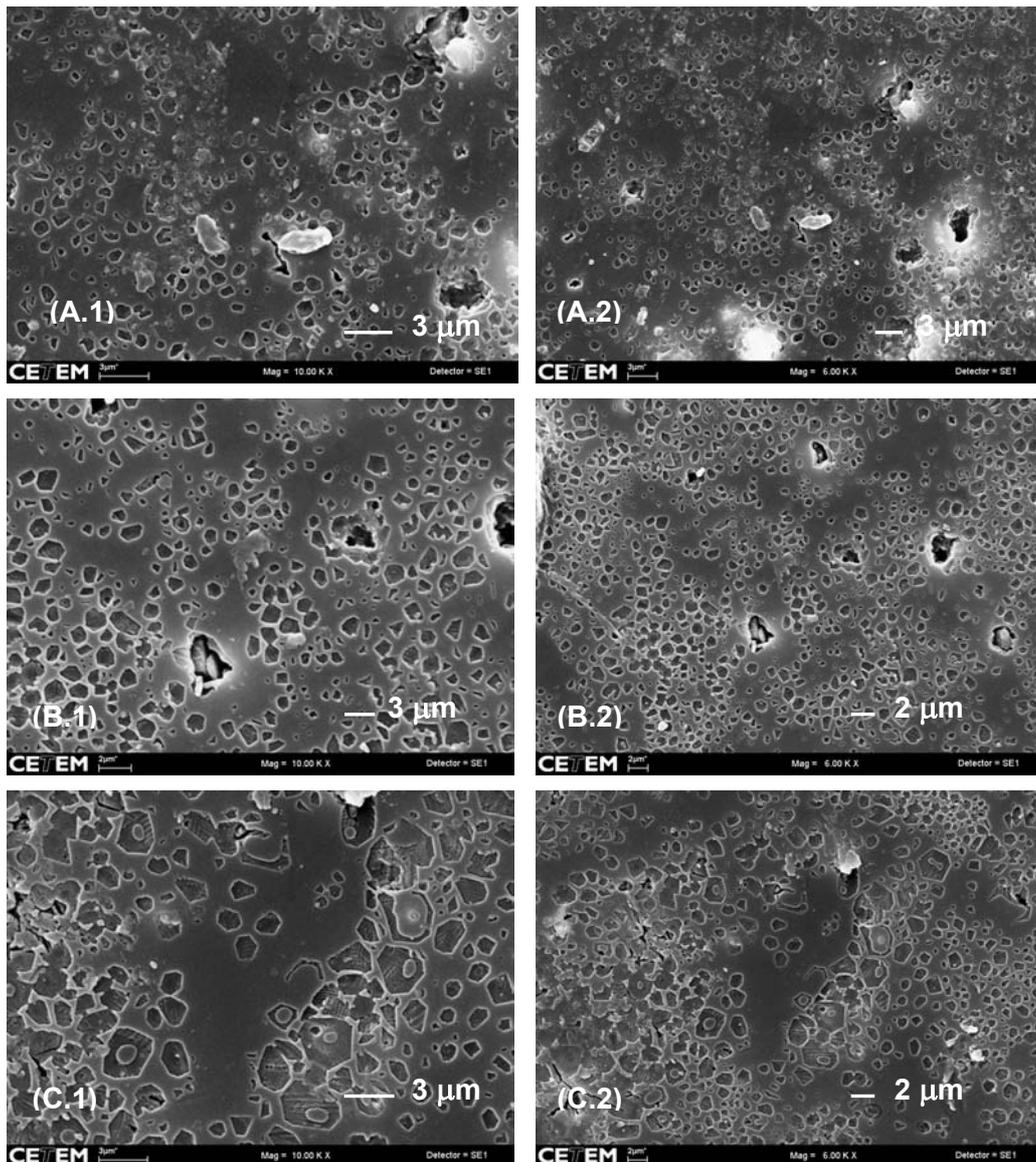


Figura IV.2.8 - Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA3\_1200 em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C

A micrografia eletrônica de varredura da frita FA3\_1200, sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C, ilustrada na Figura IV.2.8, indica que os cristais de leucita, homoganeamente distribuídos na matriz vítrea, distinguem-se pela sua geometria relativamente esférica, com tamanho na ordem de 2 a 3 μm. Não há microtrincas na matriz vítrea e nem ao redor dos cristais de leucita.

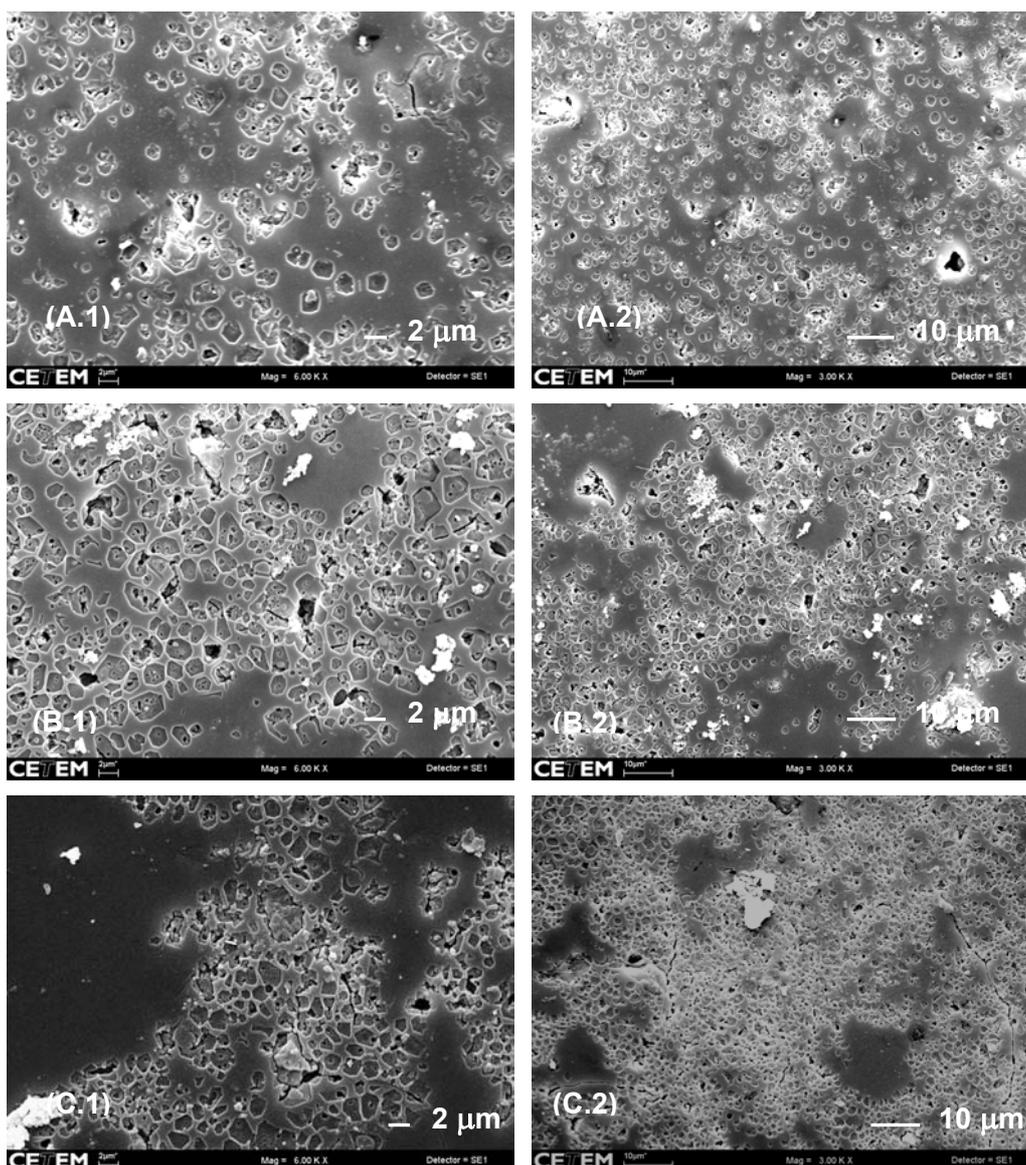


Figura IV.2.9 - Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FU3\_1200 em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C.

A análise do MEV da frita FU3\_1200 (Figura IV.2.9) indica que o tamanho dos cristais de leucita situam-se entre 2 a 3  $\mu\text{m}$  e distinguem-se pela sua geometria relativamente esférica em todas as temperaturas de sinterização (900 ,1.000 e 1.100°C). Porém, na temperatura de sinterização de 900°C, o material possui uma distribuição homogênea dos cristais de leucita na matriz vítrea e não há microtrincas ao redor dos cristais e nem na matriz vítrea.

Nas temperaturas de sinterização de 1.000 e 1.100°C, formaram-se aglomerados de cristais de leucita, pequenas áreas da matriz vítrea com ausência de cristais, o que favoreceu a formação de microtrincas. Tais característica foram mais intensas na pastilha que foi sinterizada na temperatura de 1.100°C.

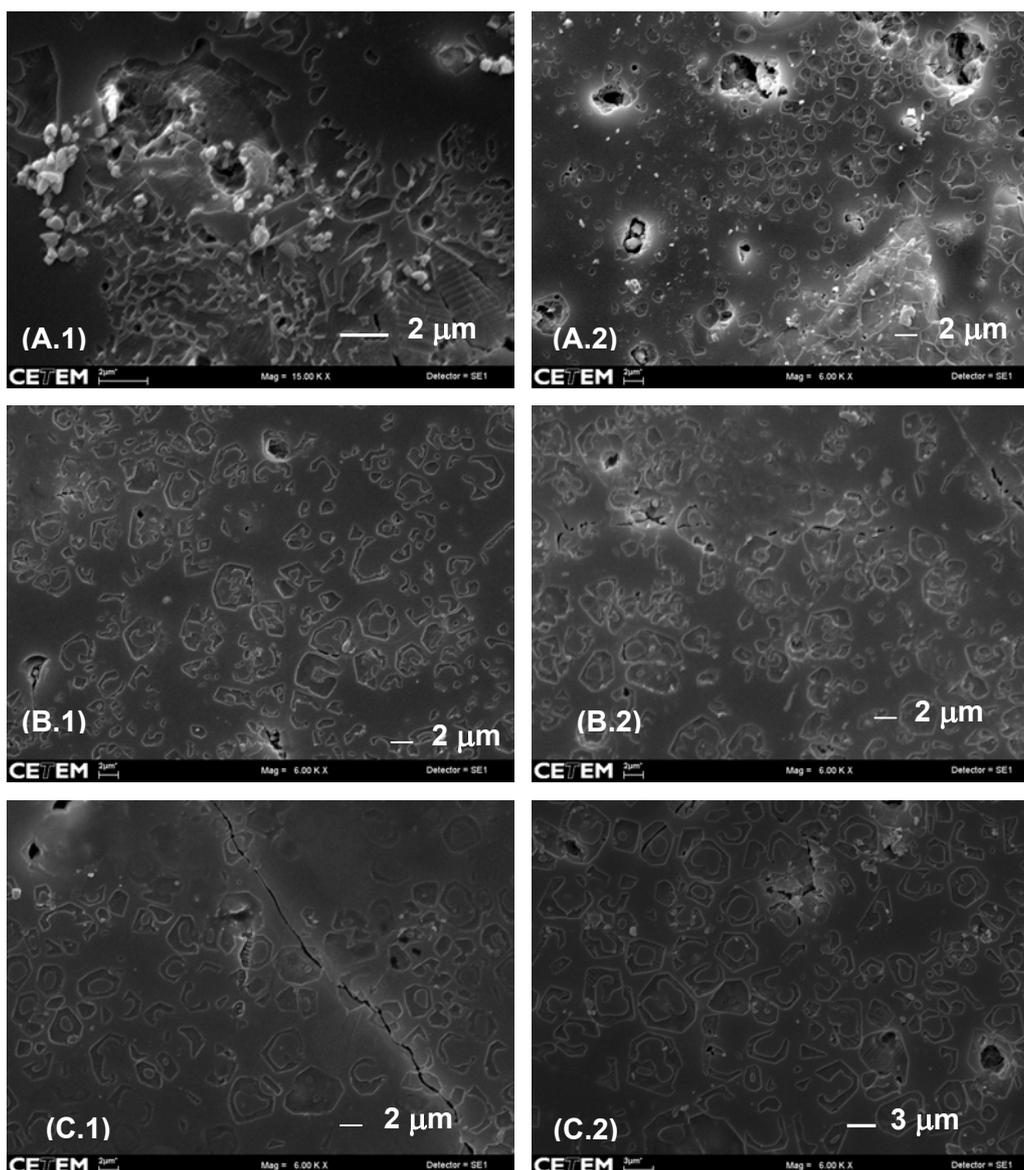


Figura IV.2.10 - Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA2\_1300 em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C.

A análise dos resultados ilustrados na Figura IV.2.10 indica que, na temperatura de sinterização de 900°C a morfologia dos cristais de leucita possuem uma certa heterogeneidade, devido a presença de dois tipos de formato: um é dendrítico (Figura IV.2.10 (A1)) e um outro possui uma tendência à geometria esférica (Figura IV.2.10 (A2)). Nas temperaturas de sinterização de 1.000 e 1.100°C a morfologia dos cristais de leucita possuem uma maior homogeneidade, havendo predominância de uma morfologia equiaxial, com tamanhos na ordem de 4 μm, homogeneamente distribuídos na matriz vítrea, e a ocorrência de microtrincas.

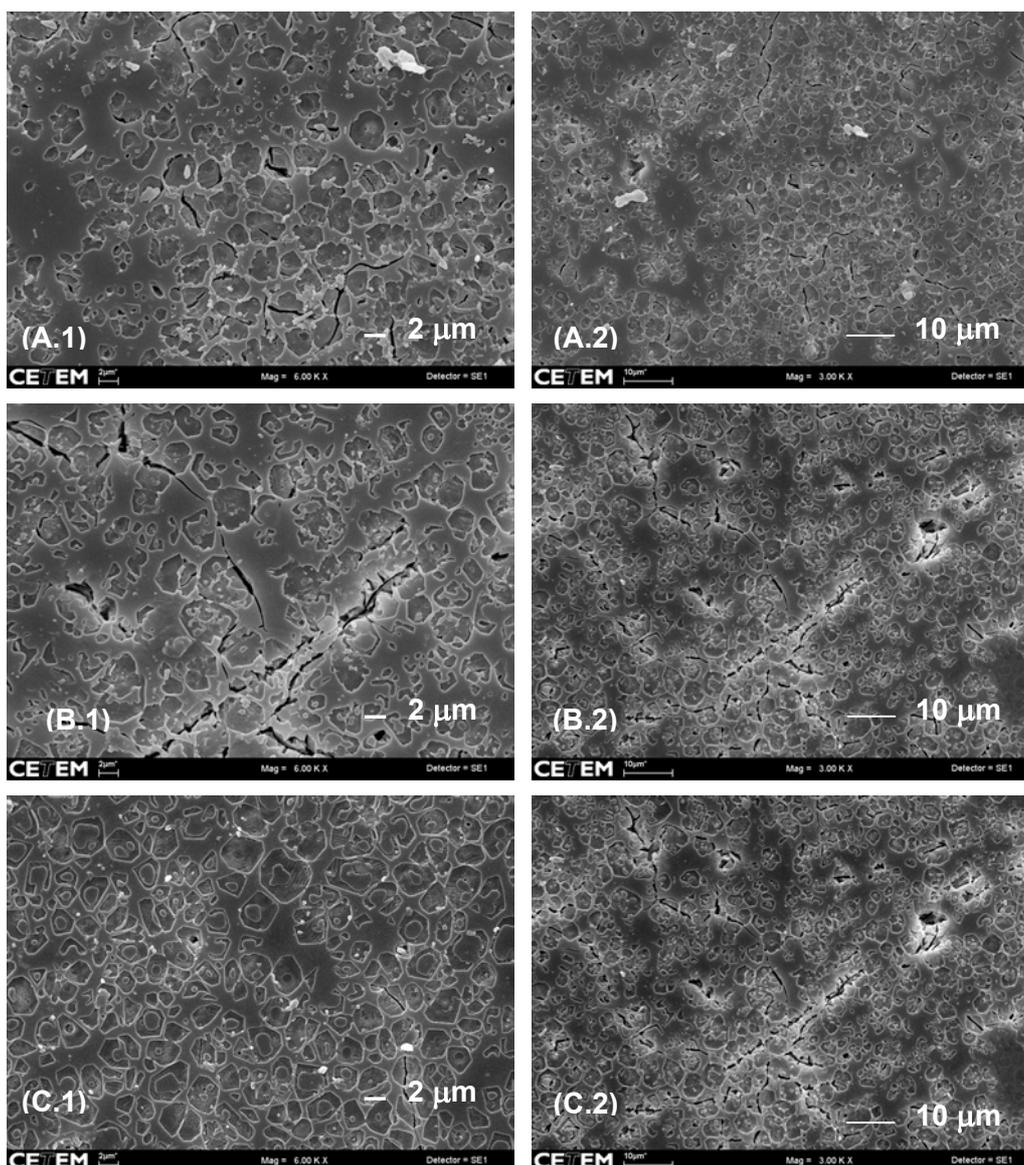


Figura IV.2.11 - Micrografia eletrônica de varredura (MEV) com elétron secundário da frita FA2\_1400 em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C.

A Figura IV.2.11 corresponde o MEV da FA2\_1400, sinterizada a 900, 1.000 e 1.100°C, na qual observa-se que, em todas as temperaturas de sinterização, os cristais de leucita são relativamente esféricos, com tamanho na ordem de 4  $\mu\text{m}$ , homogeneamente distribuídos na matriz vítrea e com microtrincas ao redor dos cristais e na matriz vítrea. Tal característica é mais intensa na maior temperatura de sinterização (1.100°C).

Comparando-se o processo de sinterização das fritas FA3\_1200 e FU3\_1200 com os das fritas FA2\_1300 e FA2\_1400, conclui-se que o tamanho dos cristais de leucita são menores nas pastilhas sinterizadas das fritas FA3\_1200 e FU3\_1200. Uma

provável explicação para este fato é que as fritas fundidas a 1.200 °C possuem alta taxa de nucleação e baixa taxa de crescimento dos cristais (CATTELL *et al.*, 2005).

A geração de trincas está relacionada à diferença de coeficientes de expansão térmica da leucita e da matriz vítrea. Além disso, a mudança de fase de leucita cúbica para tetragonal durante o resfriamento, no qual há expansão da célula unitária na direção do eixo c e uma contração da célula unitária na direção do eixo a, resulta numa tensão anisotrópica, formando microtrincas ao redor dos cristais. A mudança de fase da leucita é vantajosa no caso em que esta cerâmica é utilizada em restaurações metalo-cerâmicas, pois permite que o coeficiente de expansão térmica da cerâmica compatibilize com o coeficiente de expansão térmica do substrato metálico.

A diferença entre o coeficiente de expansão térmica dos cristais de leucita e da matriz vítrea resulta em uma tensão compressiva tangencial na interface cristal/matriz vítrea, o que permite o desvio da trinca, enfraquecendo a transferência de energia da trinca.

Vários cristais de leucita de formatos irregulares e de tamanhos grandes resultam no surgimento de grandes áreas de microtrincas na matriz vítrea, o que diminui o mecanismo de tenacificação da fratura citado anteriormente, pois a energia de tração da tensão anisotrópica é anulada pela conversão da energia da fratura em energia superficial (CATTEL *et al.*, 1997). Este fato é uma possível explicação para a maior quantidade de microtrincas nas fritas: FU3\_1200 sinterizadas nas temperaturas de 1.000 e 1.100°C; FA2\_1300 sinterizadas nas temperaturas de 1.000 e 1100°C e FA2\_1400 sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.

Recomenda-se que o tamanho dos cristais de leucita na matriz vítrea sejam menores de 4 µm e que estejam homoganeamente distribuídos na matriz vítrea, a fim de diminuir a suscetibilidade de fraturas nesta.

A natureza esférica das partículas de leucita contribui com o desvio das tensões transformadas e com a transformação da energia de tensão. A formação de grandes cristais ou aglomerados acima do tamanho crítico está associada às extensivas microtrincas na matriz vítrea (CATTELL *et al.*, 2001).

#### **IV.2.3- Caracterização das Vitrocerâmicas Feldspáticas Reforçadas com Leucita**

A análise dos difratogramas de raios-X da frita FA3\_1200, sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C e submetida ao processo de prensagem a quente (Figura IV.2.12), indica que apenas no processo de prensagem a quente da

pastilha sinterizada a 900°C ocorreu a formação de cristais de leucita com uma concentração de 12,75%.

Os difratogramas de raios-X da frita FU3\_1200, sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C e prensadas a quente (Figura IV.2.12) indica ausência dos cristais de leucita, fato este que pôde ser previsto pela análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita, na qual indica que a temperatura em que se inicia o processo de dissolução de leucita na matriz vítrea é de aproximadamente a 800°C .

Na Figura IV.2.13\_(B), o difratograma de raios – X da frita FA2\_1400 sinterizada a 900, 1.000 e 1.100°C e prensada a quente, revela a ocorrência de leucita nas pastilhas sinterizadas a 900 e 1.100°C e prensadas a quente. A percentagem de leucita nestas vitrocerâmicas são, respectivamente de 17,23 e 11,95%.

A redução no conteúdo de leucita e a ausência destes cristais nas vitrocerâmicas, em relação às pastilhas sinterizadas, podem ser atribuídas à elevada temperatura (1.180°C) utilizada no processo de prensagem a quente. Este processo fornece energias térmica e mecânica necessárias à dissolução dos cristais na matriz vítrea, devido à diminuição da energia interfacial, pois partículas maiores crescem a custa de partículas menores (CATTELL *et al.*, 2005).

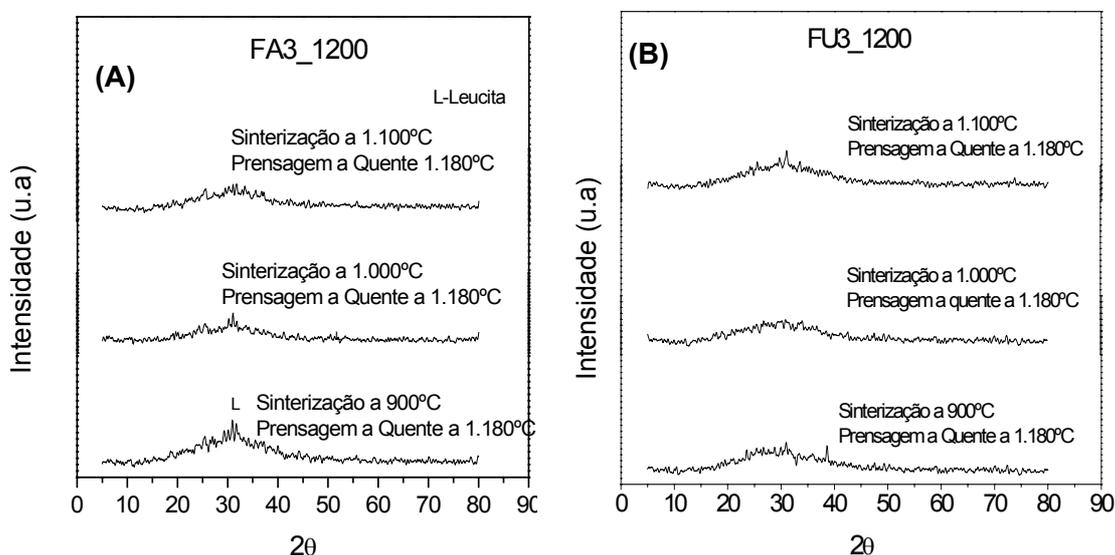


Figura IV.2.12 – Difratogramas de difração de raios-X do processo de prensagem a quente das seguintes fritas: FA3\_1200 (A) e FU3\_1200 (B), sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.

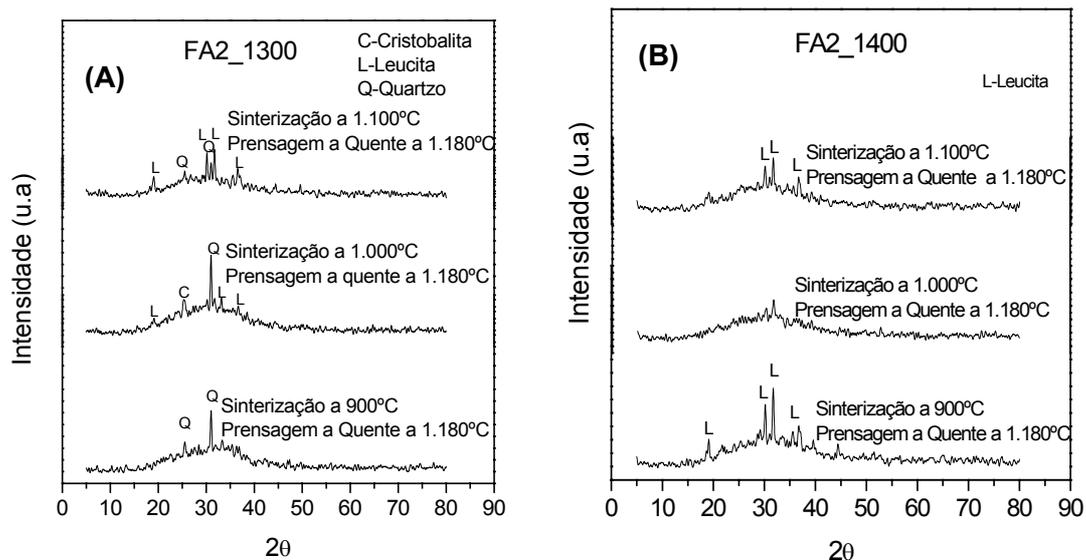


Figura IV.2.13 – Difratomogramas de difração de raios-X do processo de prensagem a quente das seguintes fritas: FA2\_1300 (A) e FA2\_1400 (B) sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C.

A análise do difratograma relativo à frita FA\_1300 (Figura IV.2.13 (A)) torna evidente a ocorrência de cristais de quartzo na pastilha sinterizada a 900°C e prensada a quente.

Na pastilha da frita FA\_1300 sinterizada a 1.000°C e prensada a quente, além da ocorrência dos cristais de leucita, identificou-se, também, a ocorrência de cristais de cristobalita, um polimorfismo do quartzo, formado em temperaturas elevadas. Na pastilha desta mesma frita sinterizada a 1.100°C houve a formação de cristais de leucita e de quartzo. Tal fato, provavelmente, está relacionado à precipitação de leucita em determinados locais da matriz vítrea, o que resulta na diminuição de íons alcalis, permitindo, desse modo, a formação de cristais de quartzo (HÖLOND *et al.*, 1994).

A ausência e a diminuição de leucita na matriz vítrea após o processo de prensagem a quente foi mais intensa nas fritas FA3\_1200 e FU3\_1200, uma provável explicação para este fato é que os tamanhos dos cristais de leucita nestas fritas sinterizadas são menores, o que faz com que a energia interfacial seja maior, propiciando o crescimento de partículas maiores a custa de partículas menores, ocorrendo com maior facilidade a dissolução dos cristais de leucita na matriz vítrea.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÕES

#### V.1) Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)

Os minerais constituintes na amostra original oriunda do pegmatito da região Borborema-Seridó são quartzo, albita, microclínio, muscovita e minerais portadores de ferro como por exemplo, a granada.

Os minerais de quartzo, muscovita e feldspato encontram-se liberados na granulometria inferior a 417  $\mu\text{m}$  (35 mesh).

No processo de flotação, no qual se utilizou o coletor Lilafлот 811 M (eteramina), é aconselhável utilizar o ácido sulfúrico como regulador de pH, para que os minerais de quartzo e muscovita sejam coletados e, conseqüentemente, se promova o aumento na concentração de feldspato no produto final.

O coletor Lilafлот 811 M, por ser uma eteramina, possui baixa seletividade. No presente estudo, a eteramina deve ter flotado o feldspato, o que permitiu a ocorrência de uma quantidade significativa desse mineral nos rejeitos *rougher* e *scavenger*. Tal fato pode explicar a diminuição do teor de álcalis no concentrado de feldspato (produto não magnético), comparado com o teor de álcalis na amostra original. Para obter um concentrado de feldspato com teores mais elevados de álcalis, deve-se estudar outros sistemas de reagentes.

Na maioria dos ensaios de beneficiamento, o teor de álcalis foi elevado e a quantidade de minerais albita e microclínio foi maior em relação aos minerais quartzo e muscovita no rejeito *scavenger*. A realização de apenas uma etapa na flotação (*rougher*) seria suficiente para aumentar o teor de álcalis no concentrado de feldspato, não sendo necessária, portanto, a realização da etapa *scavenger*.

Para produzir uma cerâmica odontológica com a seguinte composição química (% em peso): 56,1 de  $\text{SiO}_2$ , 20 de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 10,1 de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 11,2 de  $\text{K}_2\text{O}$  e 0,7 de  $\text{CeO}_2$ , verificou-se, por meio dos cálculos estequiométricos, que quanto maior o teor de  $\text{SiO}_2$  no produto não magnético, maior era a quantidade a ser acrescentada das seguintes matérias-primas:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . O produto não magnético do ensaio de beneficiamento 8 é o que possui menor teor de sílica, o que indica que as condições utilizadas neste ensaio são as mais adequadas para obtenção de um concentrado de feldspato para a produção da cerâmica odontológica mencionada.

## **V.2) Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita**

A melhor condição de fusão da frita foi a que utilizou a temperatura de 1.200°C por 3 h, pois na etapa de sinterização desta nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C obteve-se menores tamanhos de cristais de leucita, com uma geometria relativamente esférica.

A frita FA2\_1400 sinterizada nas temperaturas de 900 e 1.100°C e submetida ao processo de prensagem a quente foram as melhores condições para obter a vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita.

A diminuição e a ausência dos cristais de leucita nas vitrocerâmicas se deve à elevada temperatura (1.180°C) utilizada no processo de prensagem a quente, que fornece energias térmica e mecânica necessária à dissolução dos cristais na matriz vítrea, devido à diminuição da energia interfacial, pois partículas maiores crescem a custa de partículas menores.

## **CAPÍTULO VI**

### **TRABALHOS FUTUROS**

#### **VI.1) Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó (RN)**

No processo de flotação propõe-se um estudo detalhado do assunto, realizando o processo de flotação com outros sistemas de reagentes.

Estudar outras fontes de feldspatos que possam ser utilizado na produção de uma cerâmica odontológica.

Sugere-se também realizar estudos de aproveitamento de feldspatos contido em pegmatitos em escala contínua.

#### **VI.2) Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita**

Realizar o processo de prensagem a quente com temperatura menor, para evitar a dissolução parcial ou total dos cristais de leucita na matriz vítrea.

Realizar ensaios de resistência mecânica das vitrocerâmicas obtidas.

Estudar outras composições de vitrocerâmica e verificar a influência da concentração dos agentes nucleantes como o  $\text{TIO}_2$  e  $\text{CeO}_2$ .

## GLOSSÁRIO

**Aluminossilicato** - Substância ( $Al_2SiO_5$ ) usada especialmente em odontologia, e com amplo emprego industrial na fabricação de vidros, pedras semipreciosas, vernizes, cerâmica, entre outras.

**Cera Perdida** - É uma técnica utilizada para obter um modelo de cera com a forma desejada. Esta é eliminada durante a sua queima deixando uma cavidade-molde no refratário para ser depois preenchida por metal líquido ou vidro escoante, favorecendo a obtenção de um produto com a forma próxima ao ideal.

**Deformação Elástica** - Deformação recuperada quando se remove uma força ou uma pressão aplicada.

**Fluxante** - É um material que reduz de forma apreciável a temperatura de queima requerida para uma cerâmica, segundo sua reação com outros materiais de uma fase vítrea fundida em temperaturas mais baixas. Muitos materiais inorgânicos podem atuar como fluxante, porém os mais importantes para cerâmica são aqueles que contêm óxidos de metais alcalinos (Li, Na, K, Rb, Cs) e alcalinos terrosos (Ca, Mg, Sr, Ba), como também óxido bórico, os óxidos de chumbo ou fluoretos. Um mineral que atua como fluxante contém apreciáveis quantidades dessas substâncias, usualmente como óxidos ou silicatos.

**Frita** - Materiais de natureza vítrea preparada por fusão, em temperaturas elevadas (em torno de 1.500 °C), com base em uma mistura de matérias-primas de natureza cristalina. Estas, durante o processo de fusão, formam uma massa que, no final do processo, são resfriadas instantaneamente em ar ou água, originando a frita propriamente dita.

**Módulo de Elasticidade (ou Módulo de Young)** - Rigidez relativa de um material, razão entre tensão elástica e deformação elástica.

**Resistência à Compressão** - Tensão de compressão gerada no interior de uma amostra durante o teste de compressão no ponto de fratura.

**Resistência à Flexão** - É essencialmente um teste de resistência de uma barra apoiada em suas extremidades, ou um disco apoiado em um suporte circular inferior, sob uma carga elástica. Para o corpo-de-prova em forma de disco, o valor da tensão de fratura é referido como sendo a resistência à flexão biaxial.

**Resistência à Flexão (Resistência ao Curvamento ou Módulo de Ruptura)** - Força por unidade de área no ponto de fratura de um corpo-de-prova submetido à aplicação de carga por flexão.

**Resistência à Tração (Resistência Máxima à Tração)** - Tensão à tração (em um corpo-de-prova para ensaio de tração) no ponto da fratura.

**Resistência ao Cisalhamento** - Tensão máxima de cisalhamento no ponto de fratura de um corpo-de-prova.

**Tenacidade** - Capacidade do material de absorver energia elástica e se deformar plasticamente antes da fratura, mensurada com área total sob a curva tensão *versus* deformação, obtida no ensaio de tração.

**Tenacidade à Fratura** - A resistência dos materiais dúcteis, como as ligas de ouro e algumas resinas compostas, é útil para se determinar a tensão máxima que as restaurações feitas desses materiais podem suportar antes que ocorra certa quantidade de deformação plástica ou fratura. Para materiais frágeis como a cerâmica dentária, os valores da resistência são valores limitados pelo desenho das próteses cerâmicas.

**Tensão Compressiva** - Razão entre a força de compressão e a área da seção transversal perpendicular ao eixo de aplicação da força.

**Tensão Flexural (Tensão de Curvatura)** - Força por unidade de área de um material submetido à aplicação de carga por flexão.

**Vitrocerâmica** - Material cerâmico obtido pelo tratamento térmico da frita e constituído por microcristais dispersos em uma fase vítrea residual. Possui uma resistência mecânica superior à do vidro. São empregadas em construção de espelhos, de telescópios, de utensílios de cozinha, nas indústrias química, eletrônica e odontológica.

Etapa

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDRADE, M. C., LUZ, A. B., 2003, *Ensaio de Beneficiamento em Amostra de Feldspato Pegmatítico de Capelinha-MG*, CETEM, (FALTA o Número)
- ARAÚJO, E. B., 1998, “Estudando Vidros por Meio de Análise Térmica Diferencial”, *Revista Brasileira de Ensino de Física*, v.20, n.3, dezembro.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1990, “Moinhos de Bolas, Determinação do Índice de Trabalho”, *NBR 11376*, Rio de Janeiro, Brasil.
- BRAGA, P. F. A., SAMPAIO, J. A., MARQUES, S., 2005, *Estudos de Flotação em Escala de Laboratório com Amostras de Quartzitos*, CETEM, RT 2005-029-00.
- BRODKIN D., PANZERA C., PANZERA P., 2004, “Method of Making Dental Restorations”, *US Patent Nr. 2004/023276 A1*, 25 November.
- CATTELL, M. J., CHADWICK, T. C., KNOWLES, J. C. and CLARKE, R. L., 2005, “The Crystallization of an Aluminossilicate Glass in the  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  System”, *Dental Materials*, v.21, pp.811-822.
- CATTELL, M. J., CLARKE, R. L. and LYNCH, J. R., 1997, “The Biaxial Flexural Strength and Reliability of Four Dental Ceramic – Part II”, *Journal of Dentistry*, v.45, pp. 409-414.
- CATTELL, M. J., KNOWLES, J. C., CLARKE, R. L., LYNCH, E., 1999, “The Biaxial Flexural of Two Pressable Ceramic Systems”, *Journal of Dentistry*, v. 27, pp. 183-196.
- CATTELL, M.J., CHADWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L. and LYNCH, E., 2001, “Flexural Strength Optimisation of Leucite Reinforced Glass Ceramic”, *Dental Materials*, V.17, pp.21-33.
- CATTELL, M.J., CHADWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L., SAMARAWIKRAMA, D.Y.D., 2005, “The Nucleation and Crystallization of Fine Grained Leucite Glass-Ceramic for Dental Applications”, *Dental Materials*, v.22, pp.925-933.
- CESAR, P. F., YOSHIMURA, H. N., MIRANDA JR., W. G. and OKADA, C. Y., 2004, “Correlation Between Fracture Toughness and Leucite Content in Dental Porcelains”, *Journal of Dentistry*, v. 33, pp. 721-729 .

- DENRY, I. L., MACKERT JR, H. J. and ROSENTIEL, S. F., 1996, "Effect of Cubic Leucite Stabilization on The Flexural Strength of Feldspathic Dental Porcelain", *Journal of Dental Research*, v.75, pp. 1928-35.
- DENRY, I.L., LEJUS, A.M., THÉRRY, J. and, MASSUE, M., 1999, "Preparation and Characterization of a New Lithium-Containing Glass-Ceramic", *Materials Research Bulletin*, v. 34, n. 10/11, pp.1615-1627.
- DYK, D.V., KAUFFMAN, R.A., 1994, "Feldspar", In: D. D. Carr (Senior Editor) *Industrial Minerals and Rocks*, 6<sup>th</sup> ed, Colorado, USA, Society of Mining, Metallurgy and Exploration.
- FRANK M., SCHWEIGER M., RHEINBERGER V., HOELAND W., 1997, "Leucite-Containing Phosphosilicate Glass-Ceramic", *US Patent Nr.5,698,019*, Ivoclar AG, Liechtenstein, 16 December
- GORMAN, C. M. and HILL, R. G., 2003, "Hot-Pressed Ionomer Glass-Ceramics. Part I: An Investigation of Flow and Microstructure", *Dental Material*, V.19, pp. 320-326.
- GORMAN, C.M., MCDEVITT, W.E. and HILL, R.G., 2000, "Comparison of Two Heat-Pressed All-Ceramic Dental Materials", *Dental Materials*, v.16, pp.389-395.
- GUPTA, P.K., BARANTA, G., DENRY, I.L, 2003, "DTA Peak Shift Studies of Primary Crystallization in Glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, v.317, pp.254-269.
- HASHIMOTO, S., YAMAGUCHI, A., FUKUDA, K. and ZHANG, S., 2005, "Low-Temperature synthesis of Leucite Crystals Using Kaolin", *Materials Research Bulletin*, v. 40, pp. 1577-1583.
- HÖLAND, W.; FRANK, M.; RHEINBERGER, V.; 2005, "Surface Crystallization of Leucite in Glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, v.180, pp.292-307.
- HOSHIKAWA T., YAMAZOE M. and YAMAMOTO H., 2004, "Method for preparing glass-ceramic", *US Patent Nr. 6.797,048*, Yamamoto Precious Metal Co., Ltd., Osaka, Japan, September 28.
- JESUS, C. A. G., 2006, "Feldspato", In: Anuário Mineral Brasileiro, Minas Gerais, Brasil, DNPM.
- LOND, J.L., FARLEY, D.W. and NORLING, B.K., 2000, "Quantification of Leucite Concentration Using X-Ray Diffraction", *Dental Materials*, v. 16, pp. 20-25.

- LUZ, A. B. e COELHO, J. M., 2005, "Feldspato", In: Luz, A. B., Lins, F.F. (eds), *Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações*, 1ª ed., capítulo:19, Rio de Janeiro, Brasil, CETEM/MCT.
- LUZ, A.B., LINS, F. A. F., PIQUET, B., COSTA, M. J., COELHO, J. M., 2003, "Pegmatitos do Nordeste: Diagnóstico sobre o Aproveitamento Racional e Integrado", V. 9, *Série Rochas e Minerais Industriais*, CETEM/MCT, pp.7 –97.
- MARCKERT JR, J.R., WILLIAMS, A.L., ERGLE, J.W. and RUSSELL, C.M., 2000, "Water-Enhanced Crystallization of Leucite in Dental Porcelain", *Dental Materials*, v. 16, pp.426-431.
- MORAES, R. O. e HECHT, C., 1997, "Geologia do Feldspato", In: DNPM/CPRM (eds) *Principais Depósitos Minerais do Brasil*, 1 ed., v. 4b, Brasília, Brasil, Departamento Nacional de Produção Mineral.
- MORENA, R. IOCKWOOD, P.E., FAIRHURST, C. W., 1986, "Fracture Toughness of Commercial Dental Porcelains", *Dental Materials*, v. 2, pp. 58-62.
- MOTA, J. F. M., COELHO, J.M, CARBRAL, M., ZANARDO, A. e TANO, L.C., 2002, "Raw Materials for Porcelainezed Stoneware Tiles", *Tile & Brick*, v.18, n.6, pp.358-363.
- ONG, J.L., FARLEY, D. W., NORLING, B. K., 2000, "Quantification of Leucite Concentration Using X-Ray Diffraction", *Dental Materials*, v.16, pp. 20-25.
- RAMUSSEN, S. T., GROH, C. L., O' BRIEN, W. J., 1998, "Stress Induced Phase Transformation of a Cesium Stabilized Leucite Porcelain and Associated Properties", *Dental Materials*, v.14, pp. 202-11
- SAMPAIO, J. A. e FRANCA, S. C. A., 2005, "Nefelina Sienito", In: Luz, A. B., Lins, F.F. (eds), *Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações*, 1ª ed., capítulo:26, Rio de Janeiro, Brasil, CETEM/MCT.
- SCHAIRER, J. F., 1950, "The alkali feldspar join in the system  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ - $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ - $\text{SiO}_2$ ", *Journal of Geology*, v.58, nº 5, pp.515.
- SMITH, R. W. e AKHTAR, S., "Cationic Flotation of Oxides and Silicates", In: Fuerstenau, M. C.(ed), *Flotation*, Chapter 5, New York, USA, American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers, Inc.
- STEIDL J. AND ASSMANN, S., 2002, "Ceramic Dental Restoration", *US Patent Nr.6,342,302*, Degussa AG, January 29.

TAVARES, S. T. P., CASTTAÑEDA, C., SOARAES, A. C. P., 2005, "A Importância da Caracterização Química e Mineralógica do Feldspato para a sua Utilização na Indústria Cerâmica e Vidreira", *Cerâmica Industrial*, v.10, n.4 (Julho/Agosto), pp. 22-27.

TSETSEKOU, A., PAPADOPOULOS, T., ADAMOPOULOS, 2002, "Microstructure Effect on the Properties of a Commercial Low-Fusing Dental Porcelain", *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 13, pp. 107-416.

ZHANG, Y., WU, J., RAO, P., LV, M., 2006, "Low Temperature Synthesis of High Purity Leucite", *Materials letters*, v. 60, pp. 2819-2823.

# **ANEXO**

## ANEXO I

Tabela IV.1.5:- Quantidade de matéria-prima (g) para a produção de 20 g de frita.

Produto Não Magnético	Feldspato (g)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g)	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g)	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (g)	CeO (g)	Bórax (g)
Ensaio 1	14,21	1,22	1,76	2,20	0,12	0,48
Ensaio 2	14,11	1,31	1,77	2,19	0,13	0,49
Ensaio 3	13,49	1,76	1,89	2,25	0,12	0,48
Ensaio 4	13,88	1,65	1,69	2,20	0,12	0,46
Ensaio 5	14,49	1,43	1,29	2,21	0,12	0,47
Ensaio 6	14,86	0,97	1,33	2,25	0,12	0,48
Ensaio 7	15,17	1,01	1,04	2,18	0,12	0,49
Ensaio 8	15,46	0,85	0,99	2,10	0,12	0,48