



USO ALTERNATIVO DE FILITO COMO CARGA MINERAL PARA PISOS POLIMÉRICOS

T.S. Valera, A.P. Ribeiro, L. Soares, E.C. Sanches*, W. Ormanji*, S.M. Toffoli

Laboratório de Matérias Primas Particuladas e Sólidos Não-Metálicos - LMPSol
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - Escola Politécnica da USP
Av. Prof. Mello Moraes, 2463 - 05508-900 São Paulo, SP

*OPP Chemical – Odebrecht
E-mail: ticiane.valera@poli.usp.br

RESUMO

Os Filitos são rochas metamórficas compostas principalmente por minerais de argila e quartzo finamente granulados. O filito da região de Itapeva, São Paulo, vem sendo extensivamente estudado, na busca por outras aplicações para o material, além do setor cerâmico. Uma das possíveis vantagens do emprego de filito como carga mineral é que o valor agregado é muito inferior ao de outras cargas minerais, especialmente após algumas etapas de beneficiamento. Filmes obtidos com copolímero de PVC são extremamente empregados na produção de pisos poliméricos, os quais podem conter até 78% (em relação à massa total) de carga mineral. Neste trabalho foi estudado o uso de filito como carga mineral para a fabricação de pisos poliméricos de PVC. Os filmes foram calandrados e três teores de carga foram testadas e comparadas à carga mineral comercialmente empregada neste produto, calcitas. Os materiais obtidos foram testados quanto à sua resistência à tração e impacto Charpy.

Palavras-chaves: pisos vinílicos, carga mineral, filito, calcita.

INTRODUÇÃO

Filitos são rochas metamórficas de baixo grau, finamente granuladas e com composição pelítica, consistindo predominantemente de minerais da classe dos filossilicatos, como clorita, muscovita e sericita. Essa mineralogia, que desenvolve formas placóides, acaba conferindo a rocha uma evidente xistosidade. O filito é uma rocha mineral muito abundante no Estado de São Paulo, Brasil, relativamente às demais rochas/minerais industriais, e possui um valor agregado muito inferior às outras cargas minerais, especialmente após algumas etapas de beneficiamento ^{(1),(2)}.

Os filitos brancos, objeto do presente estudo, apresentam, geralmente, coloração esbranquiçada à esverdeada clara. Quimicamente possuem uma



composição a base de silicato hidratado de alumínio e potássio. Geologicamente e estratigraficamente os filitos se associam a quartzitos e rochas calcárias (dolomitos e calcários calcíticos) ⁽¹⁾.

As principais aplicações do filito, após o beneficiamento, atualmente observadas são: segmento de argamassas, onde atua como plastificante; em razão animal, como pigmento; como aglutinante ou absorvente de toxinas; e em concretos especiais.

No estado de São Paulo estão registradas 70% das Reservas Brasileiras de filito, sendo que dentro do estado de São Paulo 80% dessa reserva encontra-se na região de Itapeva, e esta região apresenta 50% das reservas de filito registradas no Brasil ⁽²⁾.

Em termos de produção o filito, dentre os minerais industriais brasileiros (sendo que o termo minerais industriais inclui todas as rochas e minerais predominantemente não-metálicos, que por suas propriedades físicas e/ou químicas podem ser utilizados em processos industriais), situa-se em 2º lugar, estando abaixo apenas do caulim, cuja produção concentra-se no norte do país e visa, principalmente, o mercado externo. A Tabela I apresenta os principais minerais industriais produzidos no Brasil, relacionando-os com suas respectivas produções e valores agregados médios ⁽²⁾.

Tabela I – Produção e valor agregado médios dos principais minerais industriais explorados no Brasil.

Minério	Produção (t)		Valor agregado	
	Bruta	Beneficiada	Total (R\$)	Médio (R\$/t)
Filito	701.586	425.205	6.602.752	9,41
Agalmatolito	131.099	82.638	9.450.087	72,08
Calcita	140.686	98.329	11.510.937	81,82
Caulim	2.764.040	1.165.047	147.183.829	53,24
Diatomita	15.448	11.228	5.906.169	382,32
Feldspato	89.708	48.249	2.439.419	27,19
Pirofilita	19.932	18.259	603.540	30,28
Talco	289.512	117.528	17.510.243	60,48



O piso vinílico é composto por resina de PVC – poli(cloreto de vinila) ou de copolímeros de cloreto de vinila ou ambos, plastificantes, estabilizantes, cargas inertes e pigmentos. Os pisos vinílicos podem ser semiflexíveis, constituídos por ladrilhos ou placas, ou flexíveis, constituídos por mantas. Destina-se ao revestimento de superfícies de pavimentos cobertos de residências, áreas de grande trânsito, tais como hospitais, bancos, áreas comerciais e industriais e áreas esportivas como: quadras poliesportivas, salões de ginástica e dança. Podem ser utilizados em obras novas e reformas, uma vez que, na grande maioria das vezes, não há necessidade da remoção do piso existente para a instalação do piso vinílico, exceto nos casos em que o piso existente seja de madeira ^{(3),(4)}.

Os pisos vinílicos semiflexíveis já estão normalizados no Brasil, em consonância com as exigências internacionais – NBR 7374/1987 "Ladrilho vinílico semiflexível - especificação". Esta norma especifica que as espessuras dos ladrilhos podem ser de 1,6mm, 2mm, 2,5mm e 3mm. Normalmente os ladrilhos têm dimensões de 3030mm x 300mm.

Cargas ou "fillers" são definidas como materiais que são adicionados a uma formulação para reduzir os custos dos componentes. Tais materiais podem estar na forma sólida, líquida ou gasosa. Para a seleção apropriada e otimização de tais materiais não somente o fator econômico pode ser considerado, outras propriedades tais como o processamento e o comportamento mecânico podem ser melhorados. As cargas podem ser classificadas de várias maneiras, abrangendo desde o formato (esférico, lamelar, cilíndrico) até suas características específicas (como a condutividade, retardamento de chamas, etc.). Para simplificar, as cargas para PVC podem ser classificadas em duas categorias: materiais de preenchimento ou materiais funcionais ^{(5),(6)}.

Embora praticamente toda carga exibe alguma propriedade funcional, a classificação acima ainda é mantida. Por definição, uma carga de preenchimento, essencialmente, ocupa espaço e reduz os custos da formulação. Por outro lado, uma carga funcional possui uma função definida e requerida na formulação, além dos custos. Exemplos de tais cargas incluem o óxido de antimônio, para retardamento de chama e as sílicas pirogênicas, para modificação de propriedades reológicas ⁽⁵⁾.



Uma carga de preenchimento ideal deve possuir distribuição de tamanho de partículas apropriado para o empacotamento das mesmas e o valor da gravidade específica deve ser baixo ou comparável com o da resina de PVC, além de apresentar baixo valor agregado. As caulinitas atendem muitas destas especificações, sendo industrialmente empregadas como cargas de preenchimento, tanto em PVC rígido como em flexível. Caulinita é um argilomineral de ocorrência natural. Mineralogicamente é classificada como um mineral trimórfico, por apresentar três estruturas cristalinas distintas, denominadas: calcita, aragonita e vaterita. A calcita, em suas várias formas geológicas, é um dos minerais mais encontrados na natureza, sendo o constituinte chefe de todos as caulinitas, presentes em rochas sedimentares e metamórficas. ⁽⁵⁾.

O objetivo deste trabalho foi o de investigar as propriedades de pisos vinílicos semiflexíveis empregando como carga de preenchimento o filito branco e analisando suas possíveis ações funcionais na formulação de pisos, tendo como comparativo os pisos que utilizam como carga de preenchimento o carbonato de cálcio natural ou calcita, uma das cargas, industrialmente, mais empregadas para esse fim.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

O filito branco empregado neste estudo foi obtido junto a um produtor dessa matéria-prima situado no município de Itapeva, região sul do Estado de São Paulo. O material é fornecido na forma de pó fino e seco. A análise por difração de raios-X (DRX) do filito foi realizada em difratômetro Philips X'Pert MPD com radiação $k\alpha$ de cobre e velocidade de varredura de $1^\circ(2\theta)/\text{min}$. Essa análise confirmou a presença das fases cristalinas quartzo, moscovita e caulinita. A análise por dispersão de laser do material foi realizada em instrumento Malvern Mastersizer E, com o filito em suspensão aquosa sob agitação, e sem a presença de aditivos ou defloculantes, de maneira que alguma aglomeração das partículas do pó é sempre esperada. Os resultados mostraram que o diâmetro médio das partículas e aglomerados do pó original é da ordem de $20\ \mu\text{m}$, e a curva revelou a presença de uma certa quantidade de material coloidal (abaixo de $2\ \mu\text{m}$), confirmando que o material é de granulometria fina. Analisou-se também a determinação da área específica pelo



método BET (adsorção de nitrogênio gasoso) em equipamento Micromeritics ASAP 2010. O ensaio indicou uma área específica total de 3,87 m²/g, sem a presença de microporosidade. A caracterização completa deste filito foi apresentada em trabalhos anteriores ^{(7),(8)}.

O carbonato de cálcio utilizado como carga mineral comparativa foi o natural, denominado calcita. Este material foi fornecido pela Nemer, sendo constituído por mármore moído, com partículas menores que 44 µm e densidade aparente 0,7g/cm³.

Em todas as formulações estudadas empregou-se um copolímero de cloreto de vinila com acetato de vinila, o qual foi fornecido pela TRIKEN S.A. – Organização Odebrecht, cuja denominação comercial é CS50/15SB, específico para aplicação em piso vinílico calandrado.

Foram preparadas cinco diferentes formulações de pisos. As primeiras (denominadas I e II) representam uma formulação industrialmente empregada para pisos semiflexíveis. As outras duas (denominadas III e IV) representam variações das primeiras, nas quais foi adicionado maior quantidade de plastificante na mistura, mantendo-se fixa a quantidade de filito. O objetivo era melhorar as condições de processamento do material, uma vez que a grande quantidade de carga presente dificulta o processo de fusão do PVC, o que pode impedir a obtenção de um material com plasticidade. A última formulação é igual às duas primeiras, entretanto a carga empregada é uma mistura de calcita e filito. A descrição de todas as formulações encontra-se na Tabela I.

Tabela I – Descrição das formulações para pisos vinílicos estudadas.

Componentes	Formulação I (%)	Formulação II (%)	Formulação III (%)	Formulação IV (%)	Formulação V (%)
CS 50	14,5	14,5	14,5	14,5	14,5
DOP	5	5	7,5	10	5
Calcita	78	-	-	-	39
Filito	-	78	75,5	73	39
TiO ₂	2	2	2	2	2
Ácido esteárico	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5

O plastificante empregado foi o DOP di (2-etil hexil) ftalato da Ciquine Petroquímica. O pigmento branco utilizado na formulação, ou seja, o dióxido de



titânio (TiO_2), foi fornecido pela MILLENNIUM Inorganic Chemicals. O ácido esteárico atua somente como lubrificante, impedindo que a mistura fique aderida às calandras. As porcentagens apresentadas são mássicas.

Métodos

Todas os componentes foram misturados e colocados em um equipamento formado por duas calandras aquecidas, que giram em sentido contrário, com o objetivo de obter-se um material em forma de placas. A temperatura imposta nas calandras foi de 100°C , com velocidade de rotação de 20 rpm. Durante este processo o plastificante é homogeneamente distribuído ao longo das cadeias do copolímero, unindo as mesmas e incorporando os demais componentes, dando origem a um material sólido e semiflexível.

Para que estas possuíssem espessura aproximadamente uniforme, coloca-se as mesmas entre duas placas metálicas, que são, então, colocadas em prensa hidráulica aquecida. A prensa é aquecida a 120°C , empregando-se pressão de 20MPa, durante 3 minutos.

As placas assim obtidas foram cortadas em equipamento para corte de corpos de prova CEAST, para obtenção de corpos de prova para teste de resistência à tração e resistência ao Impacto Charpy.

Teste de Resistência à Tração: os ensaios de resistência mecânica à tração foram executados em máquina universal de testes MTS modelo Allience RT/S, baseando-se na norma ASTM 638-M e utilizando velocidade de carregamento de 50 mm/min.

Resistência ao Impacto Charpy com entalhe: no ensaio de resistência ao impacto Charpy foi empregado um entalhador automático de corpos de prova, para confecção do entalhe, e a máquina de impacto Zwich, com um martelo de 0,49 joules. A realização do ensaio foi baseada na norma ASTM D 6110-97.

Estabilidade Térmica Estática: pedaços retirados das placas calandrados e prensados foram submetidos à análise térmica estática às temperaturas de 120°C e 160°C , em forno com bandejas rotativas da Brasimer Heraeus modelo W-706-O, segundo a norma ASTM D-2115. De acordo com esta norma a estabilidade térmica



dos compostos de PVC é indicada pela descoloração do material, quando o mesmo é exposto a elevadas temperaturas.

Os corpos de prova submetidos a este teste foram identificados segundo seu tempo de permanência no forno, sendo retirado do forno um corpo de prova, referente a cada formulação estudada, a cada 5 minutos.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Resistência à Tração

A tabela II apresenta os resultados do teste de resistência à tração das formulações estudadas. Estes resultados representam médias obtidas a partir de 10 corpos de prova, para cada formulação.

Tabela II – Valor dos resultados médios de resistência à tração das cinco formulações.

Formulação	Resistência à Tração no Escoamento (MPa)	Resistência à Tração na Ruptura (MPa)	Alongamento no Escoamento (%)	Alongamento na Ruptura (%)	Módulo de Elasticidade (MPa)
I	$3,9 \pm 0,2$	$3,6 \pm 0,6$	$4,8 \pm 0,5$	$6,9 \pm 3$	$75,8 \pm 14$
II	$14,7 \pm 2$	$14,7 \pm 2$	$5,6 \pm 0,8$	$5,6 \pm 1$	$303,1 \pm 52$
III	$8,2 \pm 0,3$	$8,2 \pm 0,3$	$20,2 \pm 1$	$20,4 \pm 1$	$82,4 \pm 12$
IV	$4,8 \pm 0,1$	$4,8 \pm 0,1$	$32,3 \pm 1$	$35,6 \pm 2$	$37,5 \pm 4$
V	$7,1 \pm 0,5$	$7,1 \pm 0,5$	$5,3 \pm 1$	$5,3 \pm 1$	149 ± 19

A formulação I, com calcita, apresenta o menor valor de resistência à tração, tanto no escoamento quanto na ruptura. A mesma formulação, com filito no lugar de calcita (formulação II), por outro lado, apresenta os maiores valores de resistência à tração. Em relação ao alongamento, a formulação II rompe depois do ponto de escoamento, apresentando deformação plástica, fato que não é observado na formulação II, na qual o ponto de escoamento coincide com o ponto de ruptura. O módulo de elasticidade da formulação II é superior às demais e quando comparado com a formulação I, pode-se verificar que a presença do filito, em substituição à calcita, aumenta a rigidez do piso.

Nas formulações III e IV, onde a quantidade de plastificante foi aumentada, reduzindo-se a de filito, em relação à formulação II, a resistência à tração diminuiu de acordo com o aumento do plastificante, que por sua vez promoveu o aumento do



alongamento do material. Essas formulações mais flexíveis facilitaram o processamento do piso durante a calandragem. A queda no módulo de elasticidade destas formulações, em relação a II, confirma o aumento de flexibilidade observado.

Em relação aos resultados obtidos com a formulação V, pode-se observar que a mistura das duas cargas gera um material com propriedades superiores ao que possui apenas calcita como carga (I), apenas o alongamento na ruptura é ligeiramente inferior. Entretanto, quando o comparamos com a formulação que contém apenas filito (II) notamos que o alongamento é praticamente o mesmo mas a resistência à tração (tanto no escoamento quanto na ruptura) e o módulo de elasticidade caem pela metade.

Resistência ao Impacto Charpy

A tabela III apresenta os valores médios de resistência ao impacto Charpy com entalhe dos corpos de prova das formulações estudadas. Os resultados representam médias obtidas a partir de 12 corpos de prova.

Tabela III – Resultados médios de resistência ao impacto Charpy dos corpos de prova referente às formulações estudadas.

Formulação	Resistência ao Impacto Charpy (J/m ²)
I	4060,6 ± 272
II	2586,1 ± 141
III	4154,7 ± 123
IV	7506,1 ± 284
V	2409,4 ± 70

Observando-se os resultados de resistência ao impacto, pode-se notar que os corpos de prova com caulim (I) apresentam valores superiores aos de filito, com igual teor (II). Entretanto, o aumento da quantidade de plastificante na formulação (III e IV), o qual levou ao aumento de flexibilidade em relação à formulação II, provocou o aumento da resistência ao impacto. A mistura das duas cargas produz um material com resistência ao impacto semelhante a do material com filito, com igual teor de carga (II), mas o mesmo não se aplica ao material com calcita (I), cuja propriedade é superior.

Estabilidade Térmica

A Figura 1 apresenta a estabilidade térmica estática das formulações estudadas, seguindo a ordem de retirada das amostras do forno (a cada 5 minutos). A figura 1(a) mostra a estabilidade térmica realizada a 120°C e a figura 1(b) mostra a realizada a 160°C.

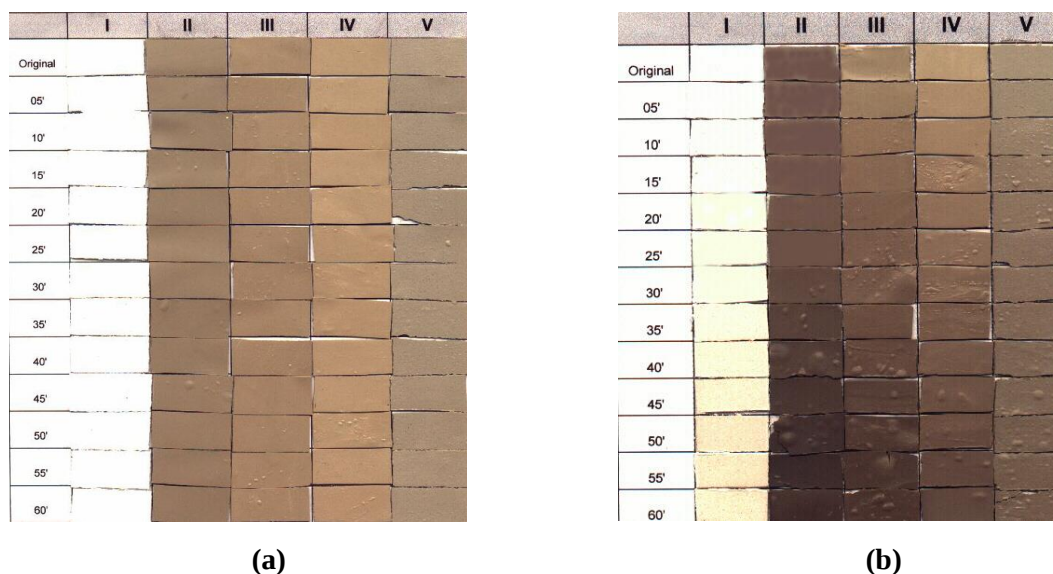


Figura 1 - Estabilidade térmica estática de todas as formulações estudadas. **(a)** realizada a temperatura de 120°C, **(b)** realizada a 160°C.

Através da figura 1(a) pode-se observar que todas as formulações estudadas, aparentemente, não sofreram degradação térmica a temperatura de 120°C, ou seja, não houve mudança de cor nas amostras mesmo depois de 60 minutos de permanência no forno.

Na figura 1(b), por outro lado, ocorreu variação de cor nos corpos de prova. A formulação I (com calcita) começa a apresentar variação de coloração com 20 minutos de permanência no forno, enquanto a formulação II (com filito) começa a apresentar variação com 30 minutos. Estes resultados indicam que o uso de filito como carga aumenta a estabilidade térmica do piso.

Quando a quantidade de plastificante é aumentada nota-se que a variação ocorre a 15 minutos de permanência para a formulação III e a 20 minutos para a



formulação IV. Com o uso das duas cargas juntas, formulação V, essa mudança acontece a aproximadamente 30 minutos. Pode-se observar, assim, que o maior teor de plastificante (ou menor teor de filito), amostra IV, bem como a mistura das duas cargas, aumentam a estabilidade térmica do piso, em relação à formulação com calcita, e que todos os valores são inferiores, ou iguais no caso da formulação V, aos obtidos para filito puro (com maior teor de carga - II).

CONCLUSÕES

Neste trabalho apresenta-se os resultados obtidos em testes de resistência mecânica e térmica de pisos vinílicos semiflexíveis contendo até 78% (em relação à massa total) de carga mineral. O trabalho teve por objetivo mostrar a aplicação de filito como carga mineral para pisos, em substituição à calcita, já amplamente utilizada. Pode-se observar que:

- A formulação com filito apresentou resistência à tração e módulo de elasticidade bem superiores a formulação com calcita (contendo o mesmo teor de carga).
- A formulação com calcita (I) apresenta resistência ao impacto superior à com filito (II), entretanto aumentando-se a quantidade de plastificante na formulação com filito (III e IV), obteve-se valores de resistência superiores (tão superiores quanto maior foi o teor de plastificante utilizado).
- Os resultados do teste de estabilidade térmica estática indicam que o uso de filito (formulação II) aumentou a estabilidade do piso, quando comparado à mesma formulação, mas usando como carga a calcita (formulação I). Estes resultados também foram superiores a todos os resultados obtidos com as demais formulações.

REFERÊNCIAS

1. J.D. Dana, C.S. Hurlbut, Manual de Mineralogia (1974).
2. Anuário Mineral Brasileiro, Departamento Brasileiro de Produção Mineral (2000).
3. W.V. Titow, PVC plastics properties, processing and applications (1990).
4. Marcel Dekker, Encyclopedia of PVC, vol. 1, 2, 3 (1977).
5. H.S. Katz, J.V. Milewski, Handbook of Filler for Plastics (1987).
6. P. Espiard, Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications 26,4 (1997) 153-156.



7. A.P. Ribeiro, L. Soares, A.C. Vieira-Coelho, S.M. Toffoli, F.R. Valenzuela-Diaz, Caracterização de filitos brancos da região de Itapeva, SP, Anais do 44 Congresso Brasileiro de Cerâmica (em CD-ROM), São Pedro, S.P., junho de 2000, pp. 04901-13.
8. S.M. Toffoli, T.S. Valera, A. Yoshiga, A.P. Ribeiro, F.R. Valenzuela-Diaz, Utilização de filitos como carga em plastisol de PVC, Anais do 14 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (em CD-ROM), São Pedro, S.P., dezembro de 2000, pp. 49701-9.

ABSTRACT

PVC floor materials using phyllite as a filler

Phyllites are abundant metamorphic rocks composed by fine particles of clay minerals and quartz. This paper studied the use of a phyllite from Itapeva, Brazil, as a filler for the fabrication of PVC floor materials. Co-polymer PVC films are largely used for floor applications and may contain as much as 70 wt% of mineral fillers. Calandered films prepared with three load levels of fillers were tested for their tensile and Charpy impact strengths. The properties of the obtained floors with the ones were compared to containing calcium carbonate. The use of phyllite yielded adequate mechanical properties at reduced production costs.

Key-words: PVC floor, mineral filler, phyllite, calcium carbonate.