



Universidade Federal de Campina Grande  
Centro de Ciências e Tecnologia  
Campus de Campina Grande:PB



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS

ROSINALDO DO RIO MEDEIROS

**INFLUÊNCIA DO TEOR DE QUARTZO NA EXPANSÃO POR  
UMIDADE E NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE  
MASSAS CERÂMICAS PARA USO EM BLOCOS FURADOS**

CAMPINA GRANDE - PB  
DEZEMBRO/2009

**ROSINALDO DO RIO MEDEIROS**

**INFLUÊNCIA DO TEOR DE QUARTZO NA EXPANSÃO POR  
UMIDADE E NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE  
MASSAS CERÂMICAS PARA USO EM BLOCOS FURADOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Processos.

Área de concentração: Desenvolvimento de Processos

Orientadores: Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira  
Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

CAMPINA GRANDE - PB  
DEZEMBRO/2009

**ROSINALDO DO RIO MEDEIROS**

**INFLUÊNCIA DO TEOR DE QUARTZO NA EXPANSÃO POR UMIDADE E NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE MASSAS CERÂMICAS PARA USO EM BLOCOS FURADOS**

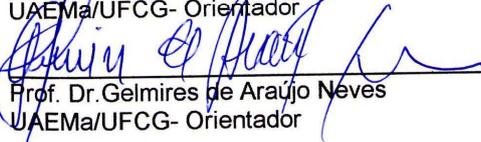
Tese de doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), em cumprimento às exigências para obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Processos.

APROVADA EM: 17 / 12 / 2009.

**BANCA EXAMINADORA:**



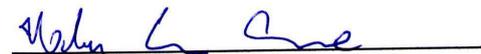
Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira  
UAEMA/UFCG- Orientador



Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves  
UAEMA/UFCG- Orientador



Profª Drª Lisiane Navarro de Lima Santana  
UAEMA/UFCG - Examinador Interno



Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira  
COMEC /IFPB - Examinador Externo



Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes  
DEMAT/UFPB - Examinador Externo



Profª Drª Lizabetha Fernanda Araújo Campos  
DEMAT/UFPB - Examinador Externo

Campina Grande – PB  
Dezembro de 2009

## **DEDICATÓRIA**

Às pessoas mais importantes da minha vida: meus pais, José Medeiros de Lima e Iolanda Labréa do Rio, pela lição de vida, incentivo e dignidade sempre exaltada e espelhada em toda minha caminhada; minha esposa, Rosângela Oliveira, pelo amor, carinho, apoio, compreensão e ombro amigo sempre presente tanto nas horas de alegria como nos momentos difíceis.

## **AGRADECIMENTOS**

À Deus, pela vida e por guiar meus passos a cada dia.

Ao meu orientador Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira, pela orientação, sugestão do tema de tese, pelos valiosos comentários sobre este trabalho e pela larga experiência, colocada à minha disposição.

Ao Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves pela orientação, dedicação, ensinamentos transmitidos e pela confiança depositada durante a realização deste trabalho.

Aos membros da banca examinadora, pela generosidade ao disponibilizar tempo para a apreciação deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Carlos José Araújo da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica da UFCG que gentilmente cedeu a máquina para a realização dos ensaios de flexão.

Aos alunos que me auxiliaram na construção deste trabalho, especialmente Dércio e Anderson.

Ao apoio dos funcionários Sr. Fernandes e André, que de alguma forma colaboraram nos ensaios de laboratório.

Às minhas irmãs Rosemar e Rosilene, que mesmo distantes me ajudaram a conseguir a tranquilidade necessária ao desenvolvimento deste trabalho.

Ao amigo Prof. Dr. Roberto Álvares de Andrade pelo companheirismo e colaboração na pesquisa desenvolvida.

Aos amigos Flávio Bezerra Costa e Rômulo P. Reis, pelo profissionalismo e disposição sempre dispensados em todos os momentos exigidos durante a implementação computacional da pesquisa desenvolvida.

Ao amigo e irmão Marconi Lúcio Bezerra, pela amizade afetuosa e pela confiança que me foi depositada.

Aos doutores Romualdo Menezes e Liszandra Campos pela colaboração no manuseio dos equipamentos, realização dos ensaios e pelas dúvidas tiradas.

À Coordenação do Doutorado em Engenharia de Processos da UFCG, na pessoa do Prof. Dr. Flávio Luiz Honorato da Silva, pelas condições oferecidas para que esta tese fosse concluída.

Às Unidades Acadêmicas de Materiais e Mecânica, pelo apoio dos laboratórios, onde foram realizados os ensaios deste trabalho.

A Universidade Federal de Roraima - UFRR, pela minha liberação para que eu pudesse realizar esta pesquisa.

À CAPES, pelo apoio financeiro dado à realização deste trabalho.

A todos aqueles que diretos e indiretamente colaboraram para a conclusão deste trabalho.

## **BIOGRAFIA DO AUTOR**

Rosinaldo do Rio Medeiros é engenheiro civil, formado em 1990 pelo Departamento de Engenharia Civil do Campus II da Universidade Federal da Paraíba. Em 1994 defendeu dissertação de mestrado em Engenharia Civil da Universidade Federal da Paraíba. Desde 1995 é professor da Universidade Federal de Roraima.

## **PUBLICAÇÕES**

MEDEIROS, R.R.; ANDRADE, R.A.; MENEZES, R.R.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C. **Influência do teor de quartzo na EPU e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos furados.** Evento: 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais/ CBECiMat. Porto de Galinhas-PE: Novembro de 2008.

MEDEIROS, R.R.; ANDRADE, R.A.; MENEZES, R.R.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C. **Efeito do carbonato de cálcio sobre a EPU, a absorção e a porosidade aparentes de blocos confeccionados com o emprego da cerâmica vermelha.** Evento: 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais/ CBECiMat. Porto de Galinhas-PE: Novembro de 2008.

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO I .....</b>	<b>17</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>17</b>
<b>1.1 Objetivos.....</b>	<b>20</b>
1.1.1 Objetivo geral.....	20
1.1.2 Objetivos específicos.....	20
<b>CAPÍTULO II .....</b>	<b>21</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>21</b>
<b>2.1 Matérias-Primas para Cerâmica Vermelha.....</b>	<b>21</b>
<b>2.2 Processo de Extrusão.....</b>	<b>26</b>
2.2.1 Principais Defeitos no Processamento de Blocos Cerâmicos.....	28
<b>2.3 Expansão por umidade (EPU).....</b>	<b>30</b>
2.3.1 Definição.....	30
2.3.2 Resumo histórico.....	31
2.3.3 Origem da EPU.....	35
2.3.4 Mecanismos responsáveis pela EPU.....	37
2.3.5 Fases cerâmicas responsáveis pela EPU.....	38
2.3.6 Efeito da temperatura de queima.....	39
2.3.7 Influência da adição de álcalis e das relações álcalis/alumina e álcalis/sílica.....	43
2.3.8 Problemas resultantes da EPU.....	45
2.3.9 Determinação da EPU.e normatização.....	47
2.3.9.1 Determinação da expansão sofrida (Atual).....	48
2.3.9.2 Determinação da expansão potencial (Total).....	53
2.3.9.3 Determinação da expansão futura.....	57
<b>2.4 Considerações sobre o Quartzo em Produtos Cerâmicos.....</b>	<b>58</b>
2.4.1 Influência da inversão do quartzo no produto acabado.....	60
<b>2.5 Determinação das propriedades mecânicas de corpos cerâmicos sujeitos à EPU.....</b>	<b>63</b>
<b>CAPÍTULO III .....</b>	<b>68</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>68</b>
<b>3.1 Materiais Utilizados.....</b>	<b>68</b>
<b>3.2 Metodologia.....</b>	<b>69</b>
3.2.1 Ensaios de Caracterização.....	70

3.2.1.1 Caracterização Física.....	70
3.2.1.1.1 Análise Granulométrica.....	70
3.2.1.1.2 Ensaio de Plasticidade.....	70
3.2.1.2 Caracterização mineralógica.....	70
3.2.1.2.1 Análise química.....	71
3.2.1.2.2 Análises térmicas (DTA e TG).....	71
3.2.1.2.3 Difração de raios-X (DRX).....	72
3.2.2 Ensaio para determinação das propriedades físico-mecânicas.....	73
3.2.2.1 Preparação dos corpos-de-prova sem incorporação do quartzo.....	73
3.2.2.2 Preparação dos corpos de prova com incorporação do quartzo.....	74
3.2.3 Ensaio de EPU.....	74
3.2.3.1 Corpos de prova sem autoclavagem.....	74
3.2.3.2 Corpos de prova com autoclavagem.....	74
3.2.4 Ensaio para determinação da resistência mecânica antes e após autoclavagem.....	75
<b>CAPÍTULO IV .....</b>	<b>77</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>77</b>
<b>4.1 Caracterização física.....</b>	<b>77</b>
4.1.1 Análise granulométrica.....	77
4.1.2 Ensaio de plasticidade.....	79
4.1.2.1 Índices de Atterberg.....	79
<b>4.2 Caracterização mineralógica.....</b>	<b>81</b>
4.2.1 Composição química.....	81
4.2.2 Análises térmicas (DTA e TG).....	83
4.2.3 Difração de Raios-X (DR-X).....	89
4.2.3.1 Difractogramas das amostras autoclavadas e não autoclavadas obtidos após queima a 900°C.....	92
<b>4.3 Ensaio para determinação das propriedades físico-mecânicas.....</b>	<b>95</b>
4.3.1 Representação gráfica simultânea da absorção de água (AA), retração linear (RL) com a temperatura de queima. (Curva de gresificação).....	101
<b>4.4 Ensaio de EPU.....</b>	<b>109</b>
4.4.1 Resultados da EPU.....	109
<b>4.4.2 Correlação entre a EPU e a absorção de água (AA) dos blocos sem autoclavagem.....</b>	<b>115</b>
4.4.3 Correlação entre a EPU e a absorção de água (AA) dos blocos com autoclavagem.....	117
<b>4.5 Correlação entre absorção de água (AA) e Tensão de ruptura à flexão (Trf) dos blocos sem autoclavagem.....</b>	<b>118</b>
<b>4.6 Correlação entre absorção de água (AA) e Tensão de ruptura à flexão (Trf) dos blocos com autoclavagem.....</b>	<b>120</b>

<b>4.7 tensão de ruptura à Flexão (Trf)</b> .....	121
<b>4.8 Correlação entre Tensão de Ruptura à Flexão (Trf) e EPU dos Blocos sem Autoclavagem</b> .....	124
<b>4.9 Correlação entre Resistência Mecânica (Trf) e EPU dos Blocos com Autoclavagem</b> .....	126
<b>CAPÍTULO V</b> .....	128
<b>5 CONCLUSÕES</b> .....	128
<b>CAPÍTULO VI</b> .....	132
<b>6 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS</b> .....	132
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	133
<b>APÊNDICE A</b> .....	142
<b>APÊNDICE B</b> .....	151

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b> Diagrama triaxial de Winkler.....	23
<b>Figura 2.2</b> Forças de compressão no interior de uma extrusora.....	29
<b>Figura 2.3a</b> Representação esquemática de uma partícula (a) sob ação da tensão superficial.....	36
<b>Figura 2.3b</b> Representação esquemática de uma partícula (b) quando a adsorção de água reduz a tensão superficial.....	36
<b>Figura 2.4</b> Relação entre temperatura de queima e EPU após autoclavagem por 96 h a 200°C.....	41
<b>Figura 2.5</b> Efeito da temperatura de queima sobre a EPU (em autoclave) de argilas comerciais.....	42
<b>Figura 2.6</b> Efeito (a) da razão $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O})/\text{Al}_2\text{O}_3$ e (b) da razão $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ na EPU de corpos argilosos (Young e Brownell, 1959).....	44
<b>Figura 2.7</b> Efeito da temperatura de sinterização na EPU de corpos cauliniticos com adições de álcalis (Na e K).....	45
<b>Figura 2.8</b> Curva típica de peça que sofreu expansão por umidade (EPU).....	50
<b>Figura 2.9</b> Expansão por umidade em função do tempo de tratamento após queima em três temperaturas .....	55
<b>Figura 2.10</b> Expansões térmicas lineares do quartzo e de uma cerâmica triaxial.....	61
<b>Figura 2.11</b> Ilustração esquemática da ruptura à flexão utilizando três pontos de carga.....	64
<b>Figura 2.12</b> Comparação da distribuição de tensão pelos três (a) e quatro pontos(b).....	65
<b>Figura 3.1</b> Fluxograma da pesquisa.....	69
<b>Figura 3.2</b> Aparelho de análises térmicas - modelo RB 3000-20 da BP Eng.....	72
<b>Figura 3.3</b> Esquema para ensaios de flexão (Máquina Instron 5582).....	76
<b>Figura 4.1</b> Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das massas estudadas.....	79
<b>Figura 4.2</b> Curvas simultâneas de DTA e TG da amostra argila plástica.....	83
<b>Figura 4.3</b> Curvas simultâneas de DTA e TG da amostra massa industrial.....	85
<b>Figura 4.4</b> Curvas simultâneas de DTA e TG da amostra AP + 10Q.....	86

<b>Figura 4.5</b>	Curvas simultâneas de DTA e TG da amostra AP + 20Q .....	87
<b>Figura 4.6</b>	Curvas simultâneas de DTA e TG da amostra AP + 30Q .....	88
<b>Figura 4.7</b>	Difratograma de raios-x da amostra argila plástica.....	90
<b>Figura 4.8</b>	Difratograma de raios X da amostra Massa industrial.....	91
<b>Figura 4.9</b>	Difratogramas de raios X da amostra massa industrial.....	92
<b>Figura 4.10</b>	Difratogramas de raios X da amostra argila plástica.....	93
<b>Figura 4.11</b>	Difratogramas de raios X da amostra AP + 10 Q.....	93
<b>Figura 4.12</b>	Difratogramas de raios X da amostra AP + 20 Q.....	94
<b>Figura 4.13</b>	Difratogramas de raios X da amostra AP + 30 Q.....	94
<b>Figura 4.14</b>	Curvas de gresificação da massa industrial sem autoclave.....	103
<b>Figura 4.15</b>	Curvas de gresificação da amostra argila plástica sem autoclave.....	104
<b>Figura 4.16</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 10Q sem autoclave.....	104
<b>Figura 4.17</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 20Q sem autoclave.....	105
<b>Figura 4.18</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 30Q sem autoclave.....	105
<b>Figura 4.19</b>	Curvas de gresificação da massa industrial com autoclave.....	106
<b>Figura 4.20</b>	Curvas de gresificação da amostra argila plástica com autoclave.....	106
<b>Figura 4.21</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 10Q com autoclave.....	107
<b>Figura 4.22</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 20Q com autoclave.....	107
<b>Figura 4.23</b>	Curvas de gresificação da amostra AP + 30Q com autoclave.....	108
<b>Figura 4.24</b>	Efeito da temperatura de queima sobre a EPU dos corpos de prova sem o tratamento em autoclave.....	113
<b>Figura 4.25</b>	Efeito da temperatura de queima sobre a EPU dos corpos de prova com tratamento em autoclave (5h a 0,7 MPa).....	113
<b>Figura 4.26</b>	EPU x absorção de água (AA) para blocos sem autoclave.....	117
<b>Figura 4.27</b>	EPU x absorção de água (AA) para blocos com autoclave.....	118
<b>Figura 4.28</b>	Tensão de ruptura à flexão (Trf) x absorção de água (AA) para blocos sem autoclave.....	119
<b>Figura 4.29</b>	Tensão de ruptura à flexão (Trf) x absorção de água (AA) para blocos com autoclave.....	120
<b>Figura 4.30</b>	Efeito da temperatura de queima sobre a tensão de ruptura à flexão das amostras sem autoclavagem.....	122
<b>Figura 4.31</b>	Efeito da temperatura de queima sobre a tensão de ruptura à flexão das amostras com autoclavagem.....	123
<b>Figura 4.32</b>	Tensão de ruptura à flexão (Trf) x EPU para blocos sem autoclave...	125
<b>Figura 4.33</b>	Tensão de ruptura à flexão (Trf) x EPU para blocos com autoclave...	126

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 2.1</b> - Características do quartzo $\phi$ e $\psi$ .....	62
<b>Tabela 4.1</b> - Tamanho das partículas por difração a laser.....	78
<b>Tabela 4.2</b> - Índices de Atterberg das massas estudadas.....	80
<b>Tabela 4.3</b> - Composição química das massas estudadas.....	81
<b>Tabela 4.4</b> - Razões alumina/ sílica (A/S) e óxidos de sódio + potássio/ alumina ((N+K)/A).....	83
<b>Tabela 4.5</b> - Propriedades físico-mecânicas dos CP sem autoclavagem.....	95
<b>Tabela 4.6</b> - Propriedades físico-mecânicas dos CP com autoclavagem.....	98
<b>Tabela 4.7</b> - Absorção de água e retração linear em função da temperatura de queima das amostras sem autoclavagem.....	102
<b>Tabela 4.8</b> - Absorção de água e retração linear em função da temperatura de queima das amostras com autoclavagem.....	102
<b>Tabela 4.9</b> - EPU (%) das amostras, determinada por dilatométrica e sem autoclavagem.....	110
<b>Tabela 4.10</b> - EPU (%) das amostras em estudo, por dilatométrica e com autoclavagem.....	111
<b>Tabela 4.11</b> - Resumo dos resultados da tensão de ruptura à flexão (Trf).....	121

## RESUMO

A expansão por umidade (EPU) consiste na expansão sofrida por alguns materiais cerâmicos quando em contato com água na forma líquida ou de vapor. O processo de EPU quando desenvolvido em blocos cerâmicos pode acarretar o aparecimento de trincas em alvenarias ou mesmo danos estruturais mais severos. Nos últimos anos, os estudos desenvolvidos sobre EPU e resistência mecânica, estão centrados em materiais para revestimentos cerâmicos, com poucos dados relativos ao comportamento mecânico de blocos cerâmicos sujeitos à EPU. Neste contexto, este trabalho objetiva estudar a influência do teor de quartzo na EPU e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos furados. Para tanto, foram analisadas amostras de massas usadas na fabricação de blocos cerâmicos, oriundas de Parelhas-RN. À argila plástica foi adicionado quartzo nos teores de 10, 20 e 30%. Os corpos de prova, moldados por extrusão, queimados nas temperaturas de 850, 900 e 950° C, foram submetidos ao ensaio de aceleração de EPU por autoclavagem com pressão de 0,7 MPa por 5 h e resistência mecânica à flexão com carregamento em três pontos. A EPU foi determinada por dilatométrica a 600°C. Os resultados indicam que a adição de quartzo finamente moído, nos teores especificados e nas condições estudadas, de uma forma geral, pouco influenciou nos resultados de EPU, exceto para a adição de 30%, e que a adição de quartzo fino em proporções mais elevadas reduz o comportamento mecânico dos blocos cerâmicos.

Palavras-chaves - Expansão por umidade (EPU), resistência mecânica, quartzo.

## ABSTRACT

The Moisture Expansion (EPU) is the expansion experienced by some ceramic materials when in contact with water in liquid or vapor. The process developed EPU when bricks can cause the appearance of cracks in masonry or even more severe structural damage. In recent years, studies done on EPU and mechanical strength, focus on materials for ceramic tiles, with few data on the mechanical behavior of ceramic blocks subject to the EPU. In this context, this work aims at studying the influence of quartz content in the EPU and the mechanical behavior of ceramic bodies for use in blocks bored. To that end, samples were analyzed mass used in the manufacture of ceramic bricks, coming from Parelhas-RN. In plastic clay was added in the quartz contents of 10, 20 and 30%. The samples, cast extrusion, burned at temperatures of 850, 900 and 950 ° C, were tested on accelerating EPU by autoclaving at a pressure of 0.7 MPa for 5 h and flexural loading with three points. The EPU was determined by dilatometry to 600 °C. The results indicate that the addition of finely ground quartz, the levels specified under the conditions studied, in general, had little influence on the results of public schools and that the addition of fine quartz in higher rates reduces the mechanical behavior of ceramic blocks.

**Keywords:** Moisture expansion (EPU), mechanical behavior, quartz.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

$\alpha$  - Alfa  
 $\beta$  - Beta  
 $\mu\text{m}$  - micrômetro  
Å - Angstrom  
AA - Absorção de água  
ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas  
AP - Argila Plástica  
AQ - Análise Química  
AS - Standards Association of Australian  
CCT - Centro de Ciências e Tecnologia  
CREA - Conselho Regional de Engenharia e Arquitetura e Agronomia  
CSIRO - Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization  
DEMa - Departamento de Engenharia de Materiais  
DRX - Difração de raios X  
DTA - Análise Térmica Diferencial  
EPU - Expansão por umidade  
Etc - etecétera  
FADE - Fundação de Apoio ao Desenvolvimento  
IP- índice de plasticidade  
ISO - International Organization for Standardization  
K - Potássio  
KPa - Quilo Pascal  
LCM - Laboratório de Caracterização de Materiais  
LL- limite de liquidez  
LP - limite de plasticidade  
MEA - Massa específica aparente  
MgO - Óxido de magnésio  
MI - Massa Industrial  
MPa - Mega Pascal  
 $N_a$  - Sódio  
NBR - Norma Brasileira  
PA - Porosidade aparente  
PE - Pernambuco  
PIB - Produto Interno Bruto  
Q - Quartz (SiO<sub>2</sub>)  
RN - Rio Grande do Norte  
RL - Retração linear de queima  
TG - Análise Termogravimétrica  
TQ - Temperatura de Queima  
Trf - Tensão de ruptura à flexão  
UAEMA - Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais  
UFMG - Universidade Federal de Campina Grande  
UFPE - Universidade Federal de Pernambuco  
UFSC - Universidade Federal de Santa Catarina  
UFSCar - Universidade Federal de São Carlos

# CAPÍTULO I

## INTRODUÇÃO

Os materiais para cerâmica vermelha possuem grande porosidade, absorvem e adsorvem água e como resultado, expandem. O termo técnico utilizado para designar este fenômeno é a expansão por umidade (EPU). A EPU é um fenômeno complexo resultante da expansão sofrida por alguns materiais cerâmicos quando em contato com água na forma líquida ou na forma de vapor,

Como a expansão por umidade (EPU) ainda é pouco estudada no Brasil, principalmente em cerâmica vermelha, há necessidade de um estudo sistemático deste fenômeno em alvenarias estruturais com o intuito de melhor conhecer os fatores envolvidos.

É evidente o elevado grau de empirismo em relação à alvenaria estrutural implantada com elementos cerâmicos, o que se constitui em um perigoso aliado dos freqüentes insucessos relacionados com a expansão por umidade (EPU), fenômeno que se constitui em um parâmetro degenerativo que pode levar ao comprometimento estrutural dos corpos cerâmicos, caso as tensões geradas pela deformação contida nas peças excedam os limites de resistência dos materiais (Andrade, 2008).

As causas da EPU não eram bem conhecidas até 1955, quando Smith (1955) introduziu pela primeira vez a teoria de que a EPU era causada pela diminuição da tensão superficial dos corpos quando a umidade era adsorvida à sua superfície. Esta tensão é apontada como a força motriz do processo de expansão por umidade (Chiari, et al., 1996) (in Campos, 2002).

Apesar de reconhecida à ação maléfica provocada pela EPU, ainda há um longo caminho a se percorrer para que o fenômeno seja plenamente entendido. Neste sentido, merecem destaques os estudos realizados pela Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais (UAEMa) da Universidade Federal de Campina Grande

(UFCG) sobre o fenômeno da EPU em virtude da falência estrutural de três edifícios na grande Recife-PE.

Em 1997, ocorreu o colapso estrutural no edifício Aquarela, de quatro pavimentos, construído em alvenaria estrutural na região do município de Jaboatão dos Guararapes-PE. Neste edifício ocorreu a ação da água do lençol freático na estrutura de fundação e na estrutura do pavimento térreo. Segundo as investigações apresentadas através de um relatório técnico feito na época, a causa da falência estrutural teve como fator determinante, do baixo comportamento mecânico da alvenaria, o fenômeno da EPU (Miranda, 2001).

Em novembro de 1999 o edifício Éricka, em Olinda-PE, desabou deixando quatro vítimas fatais e sete feridos. Dois meses depois, o edifício Enseada do Serrambi, situado a cerca de 2 km do edifício Éricka, também veio a desabar, virando um amontoado de entulhos em menos de 1 minuto, deixando um rastro de muitas perdas humanas e materiais (Amorim et al., 2000).

Hoje há uma preocupação bastante intensa do Conselho Regional de Engenharia e Arquitetura e Agronomia (CREA), dos órgãos governamentais, da defesa civil e do Ministério Público com relação a estabilidade de outras edificações construídas em alvenaria estrutural e, em virtude de haver construções similares no nordeste brasileiro, há necessidade de se fazer um estudo sobre o fenômeno da EPU, em escala de laboratório, com o intuito de conhecer os problemas envolvidos, fornecendo subsídios de forma a prever o comportamento futuro das edificações.

Com relação ao quartzo, verifica-se que o estudo da influência desta matéria-prima nas propriedades de massas cerâmicas, após queima, foi pouco explorado cientificamente. Na literatura, existem alguns estudos referentes a utilização do quartzo, sendo que a maior parte trata do assunto exclusivamente em produtos porcelânicos e de revestimentos cerâmicos, que possuem composição químico/mineralógica, aplicações e propriedades distintas das massas utilizadas em cerâmica vermelha.

Sabe-se que presença do quartzo pode exercer um efeito prejudicial ao produto acabado, uma vez que aproximadamente a 573°C ele sofre uma transformação polimórfica reversível entre as fases  $\beta$  (alta temperatura) e  $\alpha$  (baixa temperatura), com densidades e volumes diferentes. Cada partícula de quartzo  $\beta$ , ao transformar-se em  $\alpha$ , sofre uma retração súbita no resfriamento, retração esta que pode não ser acompanhada pela matriz vítrea e pelas partículas das outras fases ao seu redor, gerando o desenvolvimento de trincas. (Zauberas, 1999).

Em uma indústria, quando a manifestação de defeitos relacionados com a inversão do quartzo acontece, o prejuízo é grande. Estes defeitos surgem na zona de resfriamento do forno e são notados apenas quando a peça queimada sai deste, isto é, quando o produto está nas últimas etapas do processamento e com alto valor agregado.

O comportamento apresentado pela grande maioria de amostras, quando do resfriamento, influencia às determinações da EPU, todavia a quantificação de sua influência passa a ser uma questão bastante complexa. Estudos realizados, em revestimentos cerâmicos, afirmam que em virtude das características de fina textura e altas temperaturas de queima dos corpos cerâmicos modernos, o efeito de expansão provocado pela inversão do quartzo é pouco provável de influenciar a determinação da EPU ( Cole e Banks, 1991).

Não foi encontrado na literatura nenhum estudo relacionando o fenômeno da expansão por umidade (EPU) com a influência do quartzo em cerâmica vermelha. Portanto, observa-se que há necessidade de estudos para dissipar dúvidas que ainda persistem com muitas controvérsias sobre a EPU e, este trabalho, objetiva preencher esta lacuna e contribuir para um melhor entendimento sobre o assunto.

## **1.1 Objetivos**

### **1.1.1 Objetivo Geral**

No âmbito geral, este trabalho tem como objetivo principal estudar a influência do teor de quartzo na expansão por umidade (EPU) e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para usos em blocos cerâmicos, com e sem o tratamento em autoclave.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- caracterizar física e mineralogicamente as massas cerâmicas estudadas;
- analisar as propriedades físico-mecânicas das amostras estudadas frente ao tratamento em autoclave.
- analisar a relação entre absorção de água (AA) e retração linear de queima (RL) das amostras estudadas.
- estudar a evolução da EPU em função da temperatura de queima;
- Verificar uma possível relação entre EPU e a absorção de água (AA) das amostras estudadas.
- Verificar uma possível relação entre absorção de água (AA) e tensão de ruptura à flexão (Trf) das amostras estudadas.
- Estudar a evolução da tensão de ruptura à flexão (Trf) em função da temperatura de queima;
- Verificar uma possível relação entre EPU e tensão de ruptura à flexão (Trf) das amostras estudadas.

## **CAPÍTULO II**

### **REVISÃO DA LITERATURA**

Neste capítulo é apresentada uma revisão bibliográfica sobre o uso de argilas como matérias-primas para cerâmica vermelha; sem esquecer o processo de conformação, especialmente o processo de extrusão, muito comum na fabricação dos produtos de cerâmica vermelha. Além disso, procedeu-se uma ampla revisão sobre o fenômeno da expansão por umidade (EPU) e também sobre os efeitos do quartzo nas propriedades após a queima, concluindo-se com uma revisão sobre as propriedades mecânicas de corpos cerâmicos sujeitos à EPU.

#### **2.1 Matérias Primas para Cerâmica Vermelha**

Um dos pilares de sustentação da indústria cerâmica é a qualidade das matérias-primas (Cruz, 2002). As argilas são muito utilizadas no processamento de produtos de cerâmica vermelha tais como tijolos, telhas, blocos, manilhas, lajes, lajotas, vasos ornamentais, agregados leves de argila expandida e outros artefatos amplamente aplicados na construção civil. No Brasil, doze mil empresas, entre olarias e cerâmicas, consomem 15 milhões de toneladas de argila mensalmente (Pureza, et al, 2007). A indústria cerâmica brasileira tem participação de cerca de 1% no PIB nacional, sendo que 40% desta participação é representada pelo setor de cerâmica vermelha estrutural. Em geral, do ponto de vista da matéria-prima, o setor de cerâmica vermelha utiliza basicamente argila comum, em que a massa é tipo monocomponente - só argila-, e pode ser denominada de simples ou natural (Emiliani e Corbara, 1999). Estas matérias-primas possuem em sua composição mineralógica uma mistura de argilominerais como caulinita, ilita, esmectita e minerais acessórios do tipo quartzo, mica, carbonatos, matéria orgânica, além de boa quantidade de compostos de ferro, sendo estes responsáveis pela cor vermelha que caracteriza o produto.

Com relação à composição química, as argilas apresentam percentagens variáveis de óxidos, tais como:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  e matéria orgânica, conforme a sua diagênese e conseqüente localização e estratificação (Pereira et al., 2002).

Na indústria de cerâmica vermelha, o critério geral para formular composições argilosas é utilizar um componente plástico, que naturalmente é a argila, um material fundente e um material relativamente inerte. O argilomineral predominante existente nas argilas para uso em cerâmica vermelha é a caulinita/ilita e na cerâmica branca é a caulinita. O potássio e o magnésio contidos na ilita exercem uma ação fundente e, portanto, as argilas ilíticas atuam como fundentes e como componente plástico. Para completar a composição é necessário um material inerte que, na maioria dos casos, é o quartzo. (Motta, et al, 2001).

A composição granulométrica das argilas e seus respectivos campos de aplicação são previstos no diagrama triaxial de Winkler, apresentado na Figura 2.1. Este diagrama triangular apresenta a distribuição granulométrica e dá uma idéia da composição mineralógica e das características físico-químicas das argilas e permite que o sistema cerâmico seja comparado de acordo com três variações de tamanhos de partículas. Nessa comparação, a fração argila se torna um parâmetro característico da matéria-prima e fornece informações práticas em relação à afinidade com a água, à retração durante a secagem, à trabalhabilidade, à resistência mecânica e a porosidade da massa. Em conseqüência, se obtém informações relativas ao campo de aplicação (Elias, 1995).

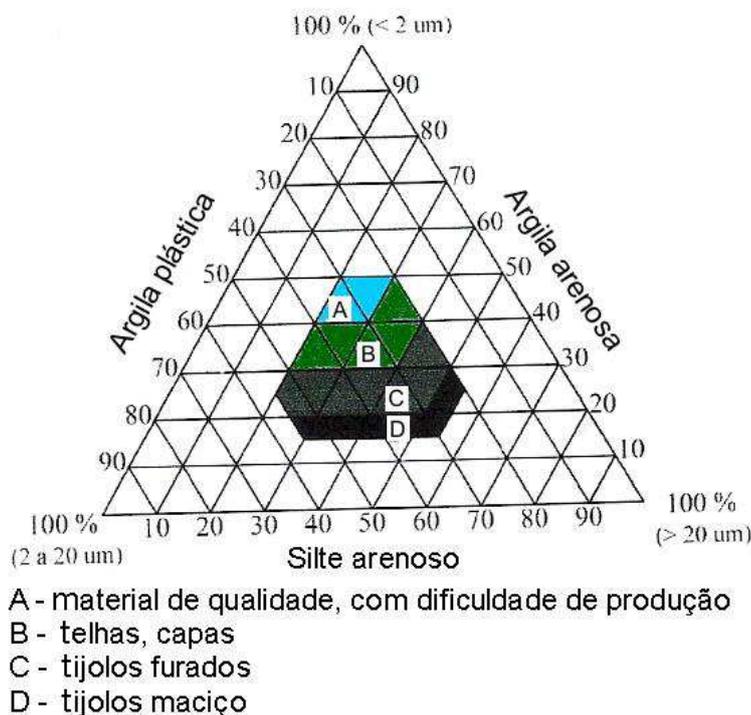
Segundo Chiara et al. (2000), as frações granulométricas identificam três famílias de fragmentos:

Areia - superior a 20  $\mu\text{m}$

Silte - entre 20 e 2  $\mu\text{m}$

Argila - inferior a 2  $\mu\text{m}$

As três classes identificam campos de emprego teóricos na indústria de cerâmica vermelha para a produção de diferentes tipos de material: quanto maior a fração fina (argilosa), melhor será a qualidade do produto, traduzida pela maior resistência mecânica e menor absorção de água do corpo queimado. Mas estas matérias-primas requerem processos muito elaborados e são de difícil manipulação.



**Figura 2.1-** Massas de cerâmica vermelha segundo a composição granulométrica, conforme diagrama de Winkler (Motta et al., 2001).

Para Motta et al. (2001), verifica-se que na prática ceramista, a utilização da classificação granulométrica é empírica, ou seja, baseada na experiência do ceramista prático, o que dificulta a padronização e a transferência do saber cerâmico. Adicionalmente à composição granulométrica, que reflete o conteúdo de argilominerais e quartzo, as argilas contêm também proporções variadas de matéria orgânica, material que contribui para maior plasticidade e resistência mecânica a cru das peças.

Geralmente no processamento cerâmico, procura-se conseguir uma composição ideal de plasticidade e fusibilidade, para propiciar melhor trabalhabilidade da massa e atingir melhores resultados em relação à resistência mecânica do corpo cru e após queima. A preparação da massa é feita geralmente através da mistura de uma argila plástica (gorda) de granulometria fina e composição essencialmente de argilominerais, com uma argila não plástica (magra), esta rica em quartzo, podendo ser caracterizada como material redutor de plasticidade. As matérias-primas plásticas conferem importantes características na fase de conformação das peças, tais como, trabalhabilidade e resistência mecânica a cru e no processamento térmico como estrutura e cor. As argilas plásticas para cerâmica vermelha são argilas quaternárias recentes de elevada plasticidade, adequadas à conformação por extrusão (Macedo, 2005).

As matérias-primas não plásticas também atuam nas fases de conformação e secagem, diminuindo a retração das peças e favorecendo a secagem e na fase do processamento térmico, quando desempenham o papel mais relevante, controlando as transformações, deformações e a sinterização. Devido principalmente ao seu papel na fase de queima, os materiais não plásticos são ainda qualificados de inertes, vitrificantes e fundentes.

As argilas ideais para a fabricação dos produtos de cerâmica vermelha devem, de modo geral, ser de fácil desagregação e permitir moldagem adequada; apresentar granulometria fina e distribuição granulométrica conveniente, tendo em vista o controle das dimensões finais do produto; possuir teor de matéria orgânica que possa conferir, juntamente com a granulometria, boa plasticidade e resistência mecânica suficiente para evitar deformações e permitir o manuseio das peças cruas; apresentar baixo (ou nenhum) teor de carbonatos, sulfatos e sulfetos (Zandonadi e Jordão, 2002).

Quando se deseja obter uma melhor trabalhabilidade da massa cerâmica para alcançar um produto de qualidade, faz-se necessário determinar parâmetros indicativos da plasticidade do sistema como os limites de liquidez, plasticidade e índice de plasticidade. De acordo com Caputo (1994), para os solos cuja textura haja certa percentagem de fração fina, não basta apenas a granulometria para caracterizá-los, pois suas propriedades plásticas dependem do teor de umidade, além da forma das partículas e da sua composição química e mineralógica. A plasticidade é uma propriedade fundamental das argilas e aparece pela adição adequada de água, formando uma massa pastosa, que possa manter a forma após a retirada do esforço deformante. Quanto mais plástica é uma argila, maior é a água de plasticidade e também o limite de plasticidade. A água de plasticidade para moldagem por extrusão é igual ou superior ao limite de plasticidade da argila, porém é inferior ao limite de liquidez, afirma Souza Santos (1992).

A quantidade de água necessária para o início do chamado limite de plasticidade e para o fim do estado denominado limite de liquidez, é conhecida como índice de Atterberg. A diferença entre os limites de liquidez e de plasticidade denomina-se índice de plasticidade, conforme a equação (2.1).

$$IP = LL - LP \quad (2.1)$$

Onde: IP = índice de plasticidade

LL= limite de liquidez

LP= limite de plasticidade

Sabe-se que a plasticidade de uma argila é fator determinante para a qualidade do produto em função do processamento realizado. Segundo Caputo (1994), os solos argilosos poderão ser classificados em:

- fracamente plásticos .....1 < **IP** < 7
- medianamente plásticos .....7 < **IP** < 15
- altamente plásticos .....**IP** > 15

Cada argila exige uma quantidade de água diferente para a sua plasticidade máxima. Singer e Singer (1971) ainda resumiram dados publicados sobre vários tipos de argila, onde citam que a água de plasticidade para blocos cerâmicos é na faixa de 13,20 a 40,70%, o que amplia as possibilidades de economia de água e energia.

## **2.2 PROCESSO DE EXTRUSÃO**

A extrusão é um método de conformação que tem sido extensivamente utilizado para a fabricação de produtos cerâmicos e o índice de consistência da massa compatível com esse método deve estar compreendido entre 0,50 e 0,75 (Andrade, 2009). O processo de extrusão é usado há mais de 150 anos, tendo a tecnologia sofrido pequenas alterações a partir da década de 50 do século passado (Ribeiro et al., 2003). O processo consiste em forçar uma mistura plástica, através do orifício de uma matriz rígida.

O comportamento da massa plástica, durante a extrusão, é influenciado pelas características e pelo teor de umidade da massa ( Macedo, 2005).

A plasticidade das massas interfere na qualidade final dos produtos extrudados. Sempre que possível deve-se extrudar as massas nas zonas de máxima plasticidade evitando, com isso, situações desvantajosas. Nas massas com elevados teores de umidade, perto do limite de liquidez, facilmente ocorre deslizamento entre partículas, pelo que a massa argilosa tenderá agarrar-se às hélices da extrusora e fluir pelo centro da fieira com maior velocidade. Algo semelhante ocorrerá se for diminuído o teor de umidade e se trabalhar abaixo de máxima plasticidade. O atrito nas paredes da extrusora aumenta e a massa tenderá também a fluir com maior velocidade no centro, enquanto que as forças de

compressão desenvolvidas no interior da extrusora e o desgaste dos diversos componentes metálicos aumentam. (Ribeiro, et al., 2003),

Chiara et al., (2000) afirmam que a conformação por extrusão é a técnica mais utilizada no campo de cerâmica vermelha. Pode ser obtida com massa possuindo um percentual de umidade, em relação ao peso seco, variando entre 20 e 26%.

Gonçalves (sem data) define o processo de extrusão como o método de formação de peça por meio de uma massa pastosa, com umidade variando de 18 a 30%, dependendo do tipo de massa. Utilizando, neste caso, uma maromba equipada de boquilha por onde a massa é forçada a passar dando o formato à peça.

Na concepção de Navarro (2001), a moldagem por extrusão é um processo em que o material é forçado contra uma matriz por meio de um eixo sem fim, onde é possível produzir artigos com áreas de seção transversal constante (que pode ser maciça ou oca) e uniforme ao longo do comprimento.

O material, alimentado na forma de grânulos, é plastificado pela ação da rosca com ajuda de líquidos. Pelo movimento da rosca, o material é transportado até a matriz. Ao passar pela matriz, assume a sua forma interna e é expelido da máquina quando o produto cerâmico é cortado em tamanhos pré-determinados, devendo passar por processos de secagem e queima para obter condições de uso.

O sistema para extrusão mais utilizado pela indústria de cerâmica vermelha é o de extrusão por hélices, por permitir boa homogeneização, utilização de sistema de vácuo, fluxo contínuo e boa distribuição de pressão na saída do material (Macedo, 2005).

A Figura 2.2 mostra as forças de compressão no interior de uma extrusora, onde há dois picos em zonas diferentes. O primeiro, de baixa intensidade, surge logo no fim da primeira hélice junto ao cortador interno na entrada da câmara de vácuo, onde surge a primeira restrição à passagem da massa. O outro pico, com início na zona de pré-compressão e máximo à entrada da sobre boca, tem maior intensidade e define a zona onde se desenvolvem as forças de compressão do

material e onde se desenvolvem desgastes elevados dos componentes da extrusora.

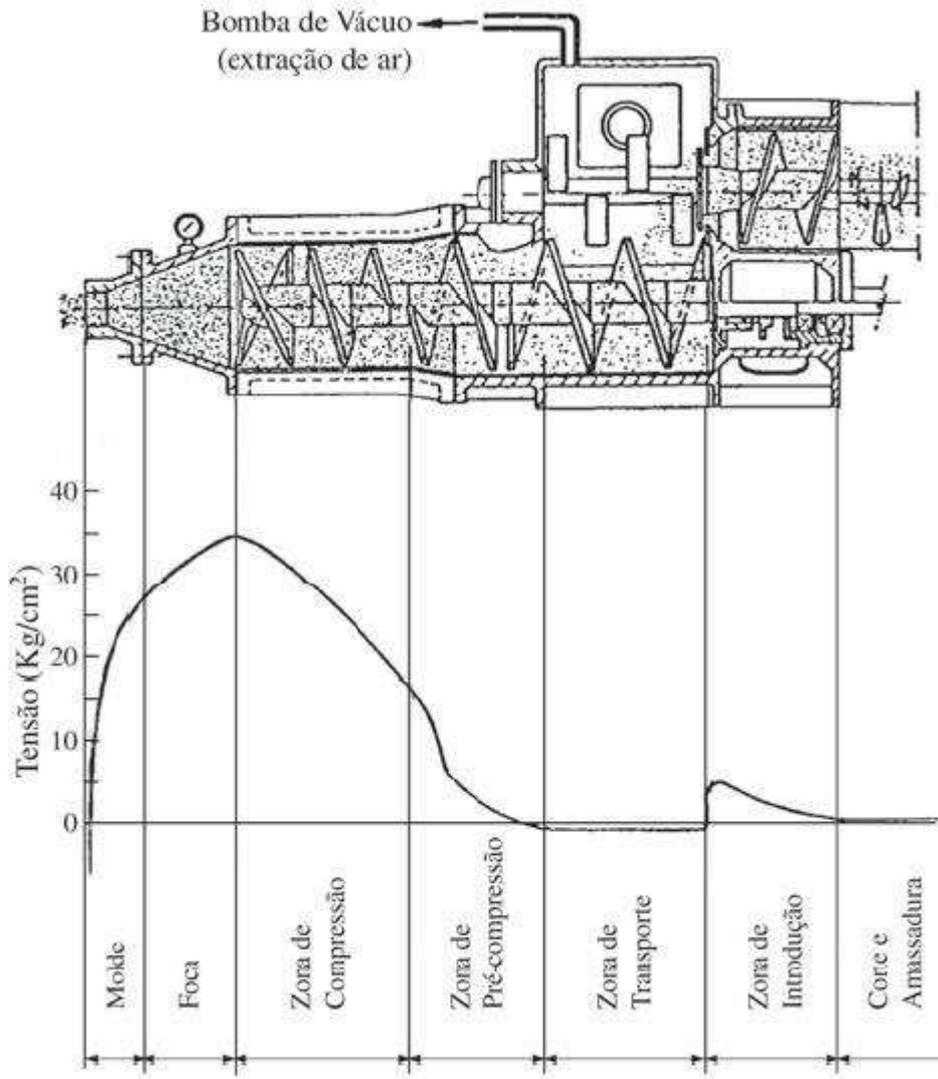
De um modo geral, pode-se afirmar que massas com elevada plasticidade (argilas gordas) deslizam melhor sobre a superfície da hélice, traduzindo-se numa maior pressão e, conseqüentemente, numa melhor homogeneização e compactação da massa argilosa na zona de saída (boquilha). Por outro lado, massas de baixa plasticidade (argilas magras), grãos ásperos e elevado atrito, devem ser utilizadas na fabricação de peças com grande seção de saída, o que pressupõe menor travamento no molde e menor pressão de extrusão.

### **2.2.1 Principais Defeitos no Processamento de Blocos Cerâmicos**

**Deformações e trincas** - As diferenças de velocidade de saída da massa através do molde, traduzem-se em diferenças de pressão de extrusão e, conseqüentemente, em diferenças de compactação da massa. A uma maior velocidade de saída corresponde uma maior pressão e portanto uma maior compactação do produto extrudado.

Nas zonas de menor velocidade de saída de massa, as partículas argilosas ficam submetidas à tração e, portanto, a distância entre partículas será maior, pelo que, durante a secagem essas zonas contraem mais do que as que foram extrudadas a maior pressão (maior velocidade).

Estas diferenças de contração aumentam as forças de tração, que se criam nas zonas das peças extrudadas a menor pressão, originando deformações e rupturas de secagem. Para evitar este defeito é necessário equilibrar o molde de forma a igualar as velocidades de saída dos blocos cerâmicos (Ribeiro et al., 2003).



**Figura 2.2-** Corte de uma extrusora de dupla hélice, com o respectivo gráfico de pressões exercidas no seu interior e a identificação das diferentes zonas (Ribeiro et al., 2003).

**Laminações** - São diferentes estruturas constituídas nos produtos extrudados pela tendência natural das partículas argilosas, de hábito lamelar, se orientarem paralelamente às paredes da extrusora ou às pás das hélices. Tais heterogeneidades podem originar nas fases posteriores de processamento diversos defeitos tais como fissuras e mesmo quebras do material devido a retrações diferenciais em diferentes partes das peças conformadas. Consegue-se evitar a formação de fissuras por laminações melhorando o comportamento do material

durante a secagem, redesenhando o molde ou melhorando a extrudabilidade da massa.

**Coração negro** - mancha negra e cinza que permanece (podendo ser vista ao longo da seção transversal das peças) no interior dos produtos, após o processo de queima. Na queima do produto cerâmico, a matéria orgânica é oxidada causando um efeito exotérmico entre 300 e 500°C, e quando esta não se completa ocorre o defeito denominado coração negro. A incorporação de aditivos diminui o efeito. A adição de substâncias não plásticas permite freqüentemente eliminar totalmente o coração negro (Macedo, 2005).

Conclui-se que, para obter bons índices de rendimento e de qualidade no processamento por extrusão, assim como uma utilização mais rentável do equipamento (menor desgaste, menor número de operações de manutenção, etc.), é necessário ficar atento à preparação da massa, escolhendo e controlando adequadamente as matérias-primas e controlando rigorosamente o teor de umidade, com o intuito de se obter a plasticidade mais adequada. É ainda necessário adequar a velocidade de extrusão (que condiciona a pressão de extrusão) e o molde ao tipo de material extrudado e a hélice deve estar bem polida para que o avanço da massa na extrusora ocorra corretamente (Ribeiro et al., 2003).

## **2.3 EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU)**

### **2.3.1 Definição**

Expansão por umidade (EPU) é o termo técnico utilizado para designar a expansão sofrida por alguns materiais cerâmicos quando em contato com água na forma líquida ou de vapor. Este fenômeno deve-se à adsorção da umidade pelas fases constituintes do produto sinterizado. Em termos quantitativos é expressa como  $\Delta L/L_0$ , onde  $\Delta L$  é a medida de variação do comprimento resultante da expansão e  $L_0$  é o comprimento inicial da peça, anterior a expansão, sendo expresso em mm/m ou % (ISO 10545, 1995).

### 2.3.2 Resumo Histórico

No período entre 1926 e 1952 cerca de 37 artigos sobre EPU foram publicados na literatura mundial, todavia a ênfase destes era no gretamento do vidrado de louças e revestimentos cerâmicos. Mesmo com alguns artigos dedicando-se aos danos de EPU em blocos cerâmicos, apenas por volta de 1952 essa questão ganhou uma maior evidência. A seguir mostra-se um breve histórico, sobre o fenômeno, em ordem cronológica.

O fenômeno da expansão por umidade (EPU) de produtos cerâmicos foi apontado pela primeira vez por Merrit e Peters, 1926, como causa do gretamento em vidrados de cerâmicas brancas.

Schurecht (1928) publicou um trabalho pioneiro abordando a EPU de peças cerâmicas através de ensaio acelerado realizado com o emprego de autoclave, concluindo que o gretamento retardado devia-se à expansão do corpo cerâmico e não a falha por fadiga do vidrado, evidenciando também a existência de correlações entre a expansão de corpos cerâmicos autoclavados e sua expansão natural.

Continuando as pesquisas, Schurecht e Pole (1929) analisaram a ordem de grandeza do aumento das dimensões de diversos corpos cerâmicos, medindo o aumento ao longo do comprimento quando eram submetidos a vapor d'água sob diferentes pressões e verificaram que os corpos compostos de argila e feldspato tinham consideravelmente menores expansões do que os corpos compostos de argila, feldspato e quartzito e concluíram que a expansão devido à umidade dependia dos constituintes do material e que as fissuras causadas por esse efeito poderiam ser evitadas pelo controle na produção.

Em 1931, Holscher preparou vários corpos de prova com composições diferentes e os submeteu a tratamentos a vapor com pressão de 1,035 MPa em 6 tempos sucessivos, confirmando os resultados de Schurecht e Pole (1929) de que a composição de um corpo cerâmico seria mais importante do que a absorção de água.

Palmer (1931) provou que os materiais constituintes de alvenaria de tijolos sofrem diferentes expansões de acordo com a mudança no clima da região. No ciclo de molhagem (expansão) e secagem (contração) da alvenaria, a recuperação das dimensões iniciais desde a data da construção não é total.

Treischel (1935) mostrou, através de ensaios de laboratório, que equipamentos simples, mas de boa resolução, têm suficiente precisão e são eficientes para medidas de EPU em laboratório.

Mellor (1937) publicou um trabalho extenso sobre o fendilhamento dos azulejos após fixação, hoje considerado clássico. Este estudo faz inicialmente críticas ao ensaio de autoclavagem devido ao fato de superpor dois fatores: primeiro, a alta temperatura que provoca uma excessiva quantidade de vapor e segundo, a alta pressão que provoca uma adsorção maior de vapor, resultando numa expansão que provavelmente nunca ocorreria em condições normais, além, do fato de que, na época, havia dúvidas quanto ao fenômeno de dilatação dos corpos cerâmicos pela ação da umidade.

Thiemeche (1941) afirmou que a adição de feldspato aumenta a EPU em amostras de peças cerâmicas obtidas a partir de argilas caulínicas, levando ao gretamento dos vidrados, quando estas amostras são desidratadas a diferentes temperaturas.

Zsolnay (1946), afirmou que azulejos que suportassem o ensaio de autoclavagem por duas horas a 0,7 MPa teriam vida útil de 20 anos e que o efeito da contração posterior do vidrado e a influência das características da argamassa e sua espessura seriam desprezíveis.

Em 1954 McBurney atribuiu as falhas estruturais de três construções norte-americanas à EPU dos produtos argilosos utilizados. Desse estudo foi sugerido um limite aceitável de EPU para blocos cerâmicos de 0,05% (0,5 mm/m), quando submetidos a autoclavagem a uma pressão de 2,03 MPa por 3h. Neste mesmo ano, pesquisadores do Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization (CSIRO) em Melbourne - Austrália, examinaram blocos cerâmicos danificados de uma fábrica em construção e obtiveram evidências de que teriam sofrido expansão. A partir de então, iniciaram estudos mais detalhados sobre o fenômeno.

Até 1955 as causas da EPU não eram bem conhecidas, quando então o trabalho de Smith (1955) introduziu, pela primeira vez, a teoria de que a EPU era causada pela diminuição da energia superficial dos corpos quando a umidade era adsorvida à sua superfície. Esta energia é apontada como força motora do processo de expansão por umidade. No mesmo artigo Smith ainda apresentou evidências que confirmavam a sua teoria. Este trabalho constitui-se até hoje o principal fundamento utilizado no estudo de EPU.

No final da década de 50 Young e Brownell (1959) ensaiaram 27 amostras de tijolos cerâmicos comerciais, os quais apresentaram valores de EPU variando na faixa entre 0,08 mm/m (0,008%) e 1,96 mm/m (0,196%). Esta faixa de EPU apresentou valores superiores aos obtidos a partir do estudo de McBurney (1954) que era de 0,5 mm/m (0,05%), o que levou o autor a propor um limite aceitável de expansão, de 2 mm/m (0,2%) e complementaram o trabalho de Smith (1955) confirmando que as fases cristalinas não apresentam EPU, ao contrário das fases vítreas.

Demedeuk e Cole (1960) afirmaram que, para a ocorrência de EPU, faz-se necessário que moléculas de água sejam atraídas por uma superfície porosa, superem a força de atração devida à presença de outras moléculas do líquido e então possam ser adsorvidas pela superfície da peça.

Em 1996, Bowman publicou trabalho enfatizando possíveis deficiências sobre os métodos empregados na determinação da expansão por umidade e sugerindo um melhoramento na precisão das determinações da EPU pelo uso do dilatômetro, com temperatura de requeima de 450<sup>0</sup>C, apontando a necessidade de pesquisas complementares no desenvolvimento de métodos de ensaio aprimorados que permitam avaliar a expansão passada e a futura provável de peças cerâmicas. Ainda segundo Bowman (1996) as características de expansão dependem do tipo da peça cerâmica.

Chiari et al.; 1996, fizeram uma ampla revisão da literatura sobre o fenômeno da EPU com a finalidade de identificar as variáveis da composição da massa e do processamento que influenciam este fenômeno e em seguida publicaram um trabalho sobre os efeitos da adição de calcita sobre a EPU de uma massa para revestimentos cerâmicos.

Lira (1997), estudou o efeito de carbonatos de cálcio, magnésio, lítio e do ciclo de queima na EPU de materiais cerâmicos porosos para revestimento, concluindo que a adição de carbonato de cálcio provocou uma redução na EPU, o carbonato de magnésio apresentou o efeito de aumentar a expansão e o carbonato de lítio provocou uma EPU menor quando comparados com corpos de prova de outras formulações.

No DEMa/UFSCar, Baldo (1997), estudou a evolução das tensões em revestimentos cerâmicos apresentando um modelo matemático que relaciona a absorção de água com a evolução das tensões.

A partir de 1999 na Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), através do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), tem sido desenvolvidas pesquisas sobre o estudo de EPU e como parte destas pesquisas foram elaborados laudos técnicos para analisar as causas do desabamento de três prédios situados na grande Recife-PE, sendo evidenciado a EPU como uma das prováveis causas da ruína dos edifícios.

Dando continuidade às pesquisas com relação à EPU de corpos cerâmicos, merecem destaques os estudos realizados por Menezes (2001) sobre EPU e características cerâmicas correlatas de piso cerâmicos comerciais e Campos (2002) sobre EPU em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba. Nos anos seguintes, estes pesquisadores realizaram uma série de publicações abordando a EPU e que contribuíram significativamente para um melhor entendimento deste fenômeno.

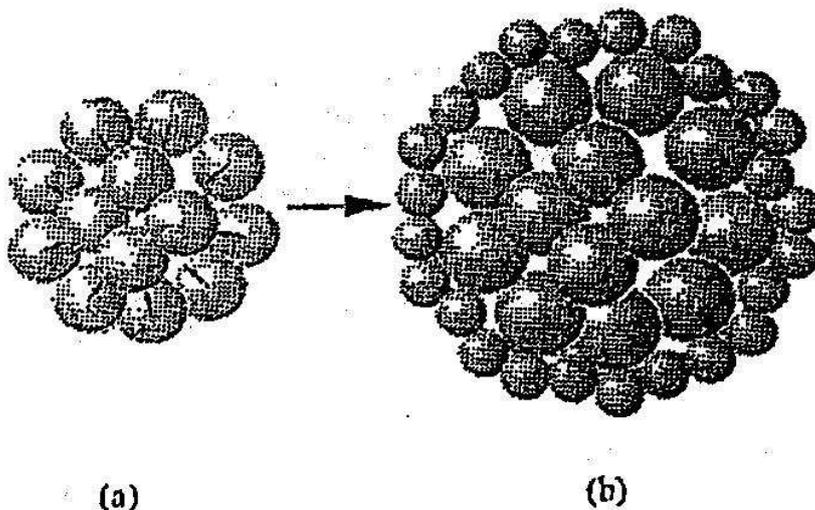
Andrade (2009), estudou o efeito da ação de carbonatos sobre a expansão por umidade associada às propriedades cerâmicas de blocos destinados à construção civil, concluindo que as adições calcárias promoveram significativa redução das EPUs e as adições magnesianas promoveram um comportamento oscilante em relação à redução de EPUs..

### **2.3.3 Origem da Expansão por Umidade (EPU)**

Partindo dos fundamentos de química de superfície tem-se que toda a matéria atrai matéria, portanto as moléculas no interior de uma gota de água, por exemplo, atraem umas às outras. No interior da gota as forças de atração entre as moléculas se anulam pois, as moléculas vizinhas a uma determinada molécula estão uniformemente distribuídas ao seu redor e a atração exercida por uma molécula é anulada pela outra do lado oposto. As moléculas na superfície da gota, entretanto, não possuem as moléculas do outro lado para compensar as forças e portanto são atraídas para o centro da gota. A compressão exercida pelas moléculas da superfície sobre as moléculas no interior da gota é denominada tensão superficial. É como se a gota estivesse envolvida por um balão de borracha. Portanto, quanto maior for a tensão superficial menor será o volume da gota (Figura 2.3a). É claro que a diminuição do volume da gota também depende da compressibilidade da água e que, se diminuíssemos a tensão superficial, o volume da gota aumentaria (Chiari et al., 1996).

Nos sólidos as coisas não são muito diferentes. No interior de uma partícula sólida os átomos estão cercados por vizinhos aos quais estão quimicamente ligados.

Essas ligações abaixam a energia dos átomos e faz com que eles mantenham uma certa distância uns dos outros. Os átomos na superfície das partículas não possuem todos os vizinhos com os quais poderia ligar-se e portanto estão em um estado energético mais elevado que os átomos no interior da partícula. Para tentar abaixar sua energia os átomos da superfície interagem, física ou quimicamente, com os do meio no qual a partícula se encontra. A energia resultante dessa interação é conhecida como energia superficial (.). Ela é expressa como a energia por unidade de área da superfície (A) e depende do meio no qual a partícula se encontra. Portanto, mudando-se o meio no qual uma partícula se encontra, muda-se a sua energia superficial.



**Figura 2.3** - Representação esquemática de uma partícula (a) sob ação da tensão superficial e (b) quando a adsorção de água reduz a tensão superficial (Chiari et al., 1996).

A energia da superfície de uma partícula (E) é dada pela equação (2.2).

$$E = \gamma \cdot A \quad (2.2)$$

Na natureza tudo tende para o estado de menor energia livre. Para seguir este princípio, os átomos na superfície da partícula comprimem os do interior para diminuir o diâmetro da partícula e, dessa forma, a área da sua superfície. Portanto,

como em uma gota de água, a superfície de uma partícula sólida também possui uma tensão superficial que comprime os átomos contidos no seu interior. Dessa forma, se a tensão superficial fosse reduzida, por um mecanismo qualquer, a partícula se expandiria. Assim o aumento de volume observado seria uma consequência do quanto a tensão superficial diminuiu, da área específica e do módulo de elasticidade da partícula (Chiari et al., 1996).

### **2.3.4 Mecanismos Responsáveis pela Expansão por Umidade (EPU)**

Em seu trabalho Smith (1955) sugere que o mecanismo através do qual ocorre a expansão por umidade é muito semelhante ao descrito anteriormente, só que neste caso, temos que considerar que a peça cerâmica é constituída de um grande número de pequenas partículas que se expandem devido ao abaixamento da tensão superficial causada pela adsorção de umidade sobre as suas superfícies (Figura 2.3b).

Logo, quanto maior a redução de energia superficial do sólido, mantendo-se outros fatores constantes, maior a EPU ocorrida. Isto nos leva à indicação de que fases sólidas com maior energia superficial e, portanto, com propensão a uma maior redução desta energia, tenderão a apresentar maior EPU. Conjuntamente, outros fatores afetam o processo de EPU a saber:

- módulo de elasticidade (E), relacionado com rigidez do sólido. O módulo de elasticidade (E) é uma medida da tensão ( ) necessária para produzir uma deformação unitária ( ), sendo  $E = \frac{\sigma}{\epsilon}$ . Portanto, quanto maior o módulo de elasticidade do material, menor a deformação que ocorrerá por EPU;

- superfície específica que é a área superficial por unidade de massa ou volume de material, relacionada com a redução de energia superficial por unidade de volume, isto é, quanto maior a superfície do sólido, maior a redução de energia superficial por unidade de volume e, conseqüentemente, maior a EPU.

Portanto, o ceramista que queira diminuir a expansão por umidade de seus produtos, para cerâmica vermelha, deve evitar a presença, no produto queimado de fases cerâmicas:

- com elevadas tensões superficiais e áreas específicas ;
- que apresentem um considerável abaixamento da tensão superficial quando umidade é adsorvida em sua superfície;
- que possuam baixo módulo de elasticidade.

### **2.3.5 Fases Cerâmicas Responsáveis pela Expansão por Umidade (EPU)**

O fenômeno da EPU é influenciado por diversos fatores determinantes da microestrutura da peça cerâmica. Quando as moléculas de água são adsorvidas na superfície do sólido, pelas fases constituintes, ocorre um aumento das dimensões da peça, configurando o fenômeno conhecido por EPU.

Segundo Smith (1955) os corpos cerâmicos são constituídos, após queima, por três fases: amorfas, vítreas e cristalinas. Estas podem ser entendidas com relação à ordenação dos átomos em sua estrutura.

#### **Fases amorfas**

São caracterizadas por não apresentar cristalinidade, isto é, seus átomos não estão arranjados segundo uma estrutura ordenada e repetitiva. Resultantes da decomposição dos minerais argilosos durante a queima, os silicatos amorfos possuem elevada energia superficial e área específica. Portanto, a sílica amorfa, em virtude de sua elevada área específica e sua alta energia superficial, sempre que presente terá grande contribuição para a expansão por umidade.

Quando qualquer forma da sílica é fraturada, tem-se saturação de valências livres insatisfeitas nas superfícies expostas, que proporciona uma adsorção de água, muito maior nestes constituintes do que nos cristalinos. A água é atraída por valências livres do tipo  $\text{Si}^+$  e  $\text{Si}^- \text{O}$ , existentes nas regiões de descontinuidade,

ou seja, nas áreas superficiais do sólido, às quais acaba se ligando, formando inicialmente os grupos  $\text{Si}^- \text{O}^- \text{H}$ , e posteriormente, os grupos  $\text{Si}^- \text{O}^- \text{H}_3\text{O}$ . Após a saturação das valências livres, uma maior quantidade de água poderá ser adsorvida, agora através das forças de Van der Waals, com uma redução adicional da energia superficial.

### **Fases Vítreas**

Produzidas, pela fusão parcial das argilas que contém álcalis (principalmente sódio e potássio) em seu estado inicial, as fases vítreas possuem baixa área específica e tensão superficial, mas em contato com a água, sofrem um processo de lixiviação da superfície, desenvolvendo uma película superficial com estrutura semelhante à sílica amorfa (por trocas de íons alcalinos do vidro e íons hidrogênio da água). Esta lixiviação proporciona ainda, a abertura de poros (inicialmente fechados), aumentando a área acessível para a adsorção da água e, portanto, a expansão por umidade. Entretanto as EPU's dessas fases não são tão significativas quanto a das fases amorfas.

### **Fases Cristalinas**

São caracterizadas por apresentar arranjo ordenado de átomos, conforme geometria repetida ao longo da estrutura. Embora apresentem alta energia superficial, possuem baixa área específica e não contribuem, significativamente, para o processo de EPU. Os materiais cristalinos quando fraturados apresentam poucas valências insaturadas, sendo estas distantes umas das outras, na superfície. A superfície fraturada de um cristal de quartzo terá a mesma energia superficial da sílica amorfa, mas a área específica de cada cristal fraturado é muito menor. Em 1959, Young e Brownell complementando o trabalho de Smith confirmaram que as fases cristalinas não apresentam EPU, ao contrário das fases vítreas.

### **2.3.6 Efeito da Temperatura de Queima**

Verçosa (2001) destaca a queima como a fase mais importante do processo

de fabricação da cerâmica vermelha, pois tem como objetivo principal desenvolver a microestrutura necessária para a obtenção das propriedades desejadas ao produto final. É o estágio no qual ocorrem as principais alterações no material: reações de queima de matéria orgânica, de decomposição e oxidação, transformações de fases, formação de fase vítrea e densificação. O principal cuidado no cozimento deve ser o de manter, durante todo o processo, uniformidade de temperatura no interior do forno, sem o quê ocorrerá a má distribuição de calor e, conseqüentemente, a heterogeneidade de características dos produtos obtidos.

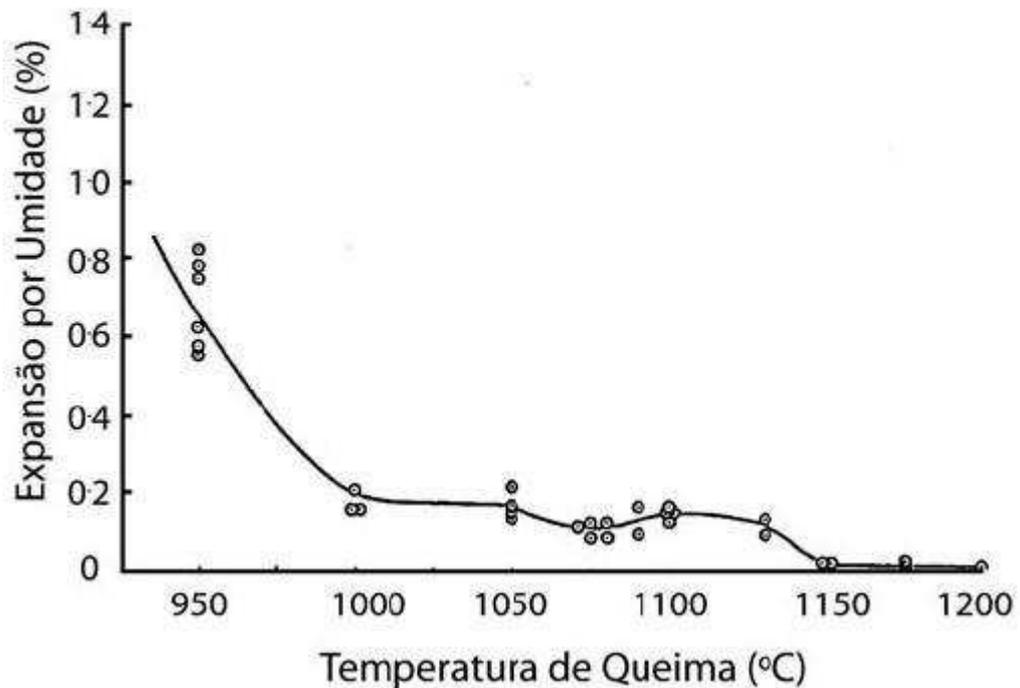
É durante a queima que se desenvolvem os fenômenos marcantes relacionados com a alteração das dimensões dos produtos cerâmicos. O aumento da temperatura de queima aumenta a retração linear das cerâmicas tradicionais e provoca uma tendência à redução de sua expansão térmica total (Marino, 1998; in Andrade, 2009).

O processo de queima visa agregar as partículas cerâmicas e produzir uma peça coesa e resistente, principalmente através da dissolução e reação de alguns de seus minerais formando fase vítrea. Alterações como retração, densificação e redução da porosidade e superfície específica total ocorrem na queima.

Milne (1958) (in Menezes 2001), foi o pioneiro a observar o comportamento da EPU em um corpo cerâmico frente sua temperatura de queima. Ao estudar uma argila caulínica, observou que (para as temperaturas estudadas) à medida que se aumentava a temperatura de queima, havia um decréscimo da EPU, atingindo um mínimo a aproximadamente 1070°C, seguindo-se um leve aumento até 1100°C e posterior decréscimo. O gráfico obtido por Milne está reproduzido na Figura 2.4

Menezes (2006), destacou que o efeito da composição do corpo e da temperatura de queima na expansão por umidade, para uma dada composição a expansão diminui com o aumento da temperatura de queima. No entanto, a relação exata entre EPU e a temperatura de queima varia de acordo com a composição e com a estrutura interna dos diferentes corpos cerâmicos (Hosking e Hueber, 1960). Assim, os estudos acerca da relação entre EPU e temperaturas de queima

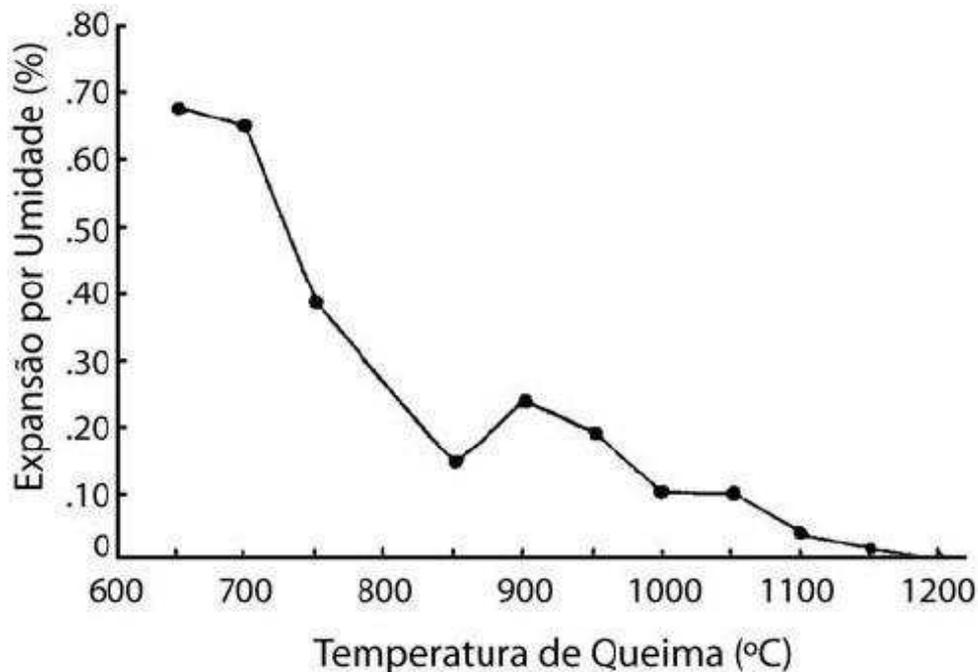
expressam comportamentos associados a matérias-primas específicas, sendo a maioria dos estudos relacionados às argilas caulínicas.



**Figura 2.4-** Relação entre temperatura de queima e EPU após autoclavagem por 96 h a 200°C (Milne, 1958).

Young e Brownell (1959) queimaram oito tipos de argilas, basicamente caulínicas, em várias temperaturas e obtiveram após um tratamento, em autoclave de 2,04 MPa por 3 h, as expansões de cada peça. O comportamento de sete das oito argilas foi semelhante ao da Figura 2.5, que apresenta uma EPU mínima a 850°C, para em seguida, aumentar gradualmente até atingir um máximo entre 900°C e 950°C quando então torna a diminuir com a elevação da temperatura. Concluindo-se que, de forma geral, aumentos na temperatura de queima conduziriam a uma redução de EPU. Esses resultados diferiram basicamente dos anteriores por apresentarem um máximo de EPU bem mais acentuado e em uma temperatura inferior, o que se deveu provavelmente a diferenças mineralógicas nas matérias-primas. A curva mostrada na Figura 2.5 passou a ser utilizada como referência no que se refere ao comportamento de EPU de corpos a base de argilas caulínicas, frente à temperatura de queima.

Enrique et al. (1990) sugerem que para materiais argilosos, com o aumento da temperatura de queima, a EPU atinge um valor máximo entre 950°C e 1050°C, e diminui com o aumento da temperatura a partir desse ponto. Sugerem também que a variação da EPU com a temperatura é afetada pela composição da massa, pelas condições de conformação e pelo ciclo de queima. Os ciclos mais rápidos favorecem a presença de fases amorfas e conseqüentemente a EPU. Portanto, antes de reduzir o ciclo de queima, é necessário que se busquem composições que resultem em menores proporções de fases amorfas e vítreas e que sejam menos reativas.



**Figura 2.5** - Efeito da temperatura de queima sobre a EPU (em autoclave) de argilas comerciais. (Young e Brownell, 1959).

Lira et al. (1997) estudaram o fenômeno da EPU, onde a composição e a temperatura de queima foram avaliadas e concluíram que a maior temperatura de sinterização correspondeu a corpos-de-prova com menor expansão por umidade, provavelmente devido a uma maior proporção de fases cristalinas na sua constituição.

### **2.3.7 Influência da Adição de Álcalis e das Relações Álcalis/Alumina e Álcalis/Sílica**

Young e Brownell (1959) estudaram os efeitos da composição química de corpos argilosos sobre a EPU, bem como seu comportamento frente à adição de álcalis e quartzo. Admitindo que, ao contrário da fase vítrea, as fases cristalinas não apresentam EPU e partindo de um valor fixo de absorção de água de 8%, demonstraram que:

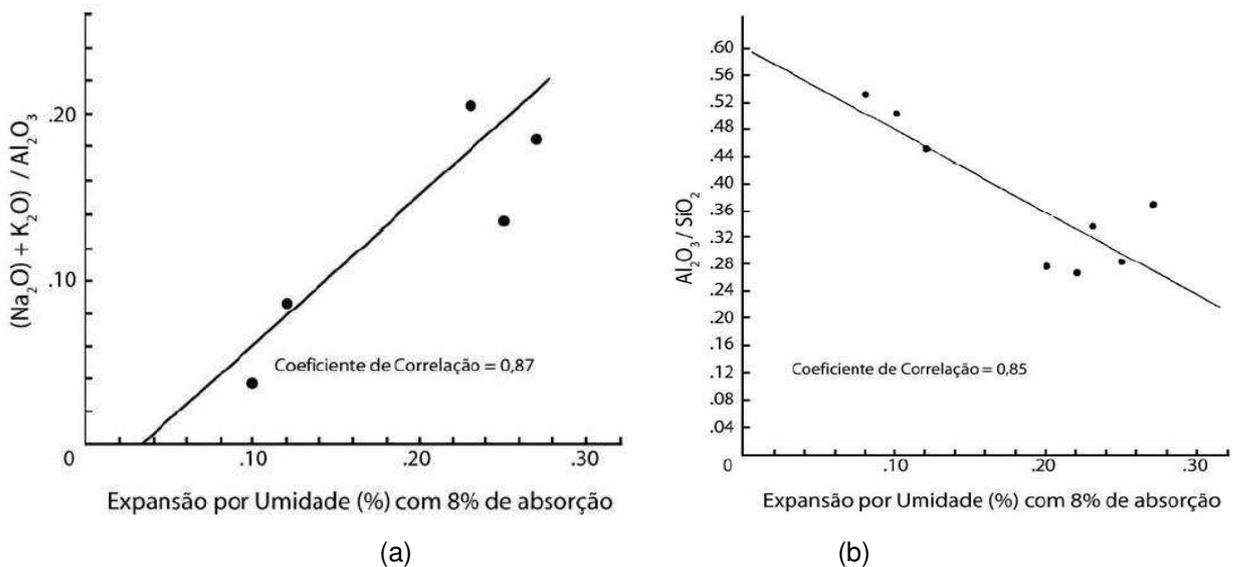
- quanto maior a razão  $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , maior a EPU (Figura 2.6a). A presença de álcalis favorece a formação de fases vítreas por funcionarem como fundentes, permitindo a fusão da sílica e, portanto, a formação de fase vítrea a temperaturas mais baixas, favorecendo a EPU;

- quanto maior a razão  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ , menor a EPU (Figura 2.6b). A adição de quartzo finamente dividido tende a alterar a estrutura de poros do material, permitindo que a umidade possa penetrar em um corpo contendo quartzo mais facilmente do que em um corpo inteiramente argiloso. À medida que os minerais amorfos são transformados em produtos cristalinos, como mulita, ocorre liberação de sílica e os produtos da transformação possuem uma razão maior de  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . É de se esperar, portanto, que uma composição inicial com maior relação  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  deslocará o equilíbrio na direção de favorecer a formação destes produtos cristalinos, reduzindo a EPU das peças sinterizadas.

Miranda (2001), observou que, de fato, a EPU tende a aumentar com o aumento da razão  $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  e diminuir com o aumento da razão  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  e concluiu que a magnitude da expansão depende claramente da composição química do produto cerâmico queimado.

Campos (2002), analisou o comportamento frente à presença de álcalis e quartzo de três massas plásticas para cerâmica vermelha, usadas na fabricação de blocos cerâmicos provenientes de diferentes regiões do Estado da Paraíba e concluiu que a amostra que apresentou maiores valores de EPU foi a que possuía a

maior razão  $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}) / \text{Al}_2\text{O}_3$  e menor razão  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$ , confirmando as pesquisas de Young e Brownell, 1959.

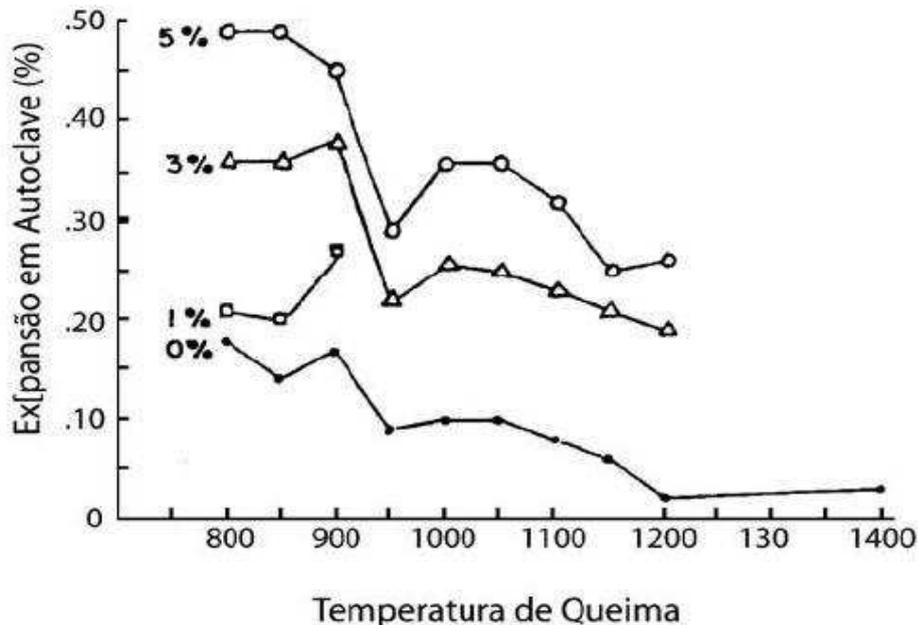


**Figura 2.6** - Efeito(a) da razão  $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}) / \text{Al}_2\text{O}_3$  e (b) da razão  $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiO}_2$  na EPU de corpos argilosos (Young e Brownell, 1959).

O efeito da temperatura de sinterização na EPU de corpos cauliníticos com adição de álcalis (sódio e potássio) pode ser observado na Figura 2.7, obtida por Young e Brownell (1959). Analisando as curvas apresentadas, observa-se que a expansão tende a ser menor em peças sinterizadas em maiores temperaturas. Entretanto, ocorre uma elevação da EPU para temperaturas entre 1000 e 1050°C que, segundo os autores, deve-se à formação de fase vítrea próxima a estas temperaturas. Esta hipótese é suportada pelo fato de uma maior adição de álcalis, constituintes fundentes, acentuar o aumento da EPU naquele intervalo de temperatura. Pode ser observado, ainda, maiores valores da EPU em corpos com maior teor de álcalis. Ainda, segundo os autores, a adição de quartzo finamente moído provoca um leve aumento da expansão, todavia desprezível se comparado com a expansão provocada pelo sódio e potássio.

Diante do exposto, fica evidente que uma peça de constituição mais cristalina e com menos fases amorfas e vítreas, irá apresentar menor EPU que uma

peça de mesma porosidade, rica em fases vítreas de formação à baixa temperatura ou amorfa.



**Figura 2.7-** Efeito da temperatura de queima na EPU de corpos cauliniticos com adições de álcalis, Na e K (Young e Brownell, 1959).

### 2.3.8 Problemas Resultantes da EPU

O gretamento dos vidrados de cerâmica branca é responsável por perdas enormes para empresários da indústria cerâmica. As fissuras na superfície de produtos vítreos não só encurtam a vida útil do produto como também reduzem seu valor de mercado (Campos, 2002).

Na fase de concepção de um projeto de edificações deve ser previsto, pelo projetista, o comportamento futuro dos seus elementos e componentes, objetivando um desempenho adequado à finalidade a que se destina. No entanto, tal atitude é constantemente negligenciada.

Grande parte dos estudos relacionados às falhas e danos em edificações, tais como, gretamento de vidrados de revestimentos cerâmicos, deslocamento de placas cerâmicas e ruptura de alvenarias, apontam a EPU como uma das causas

mais relevantes, com significativa contribuição devido ao movimento diferencial entre os elementos envolvidos (Raposo, 2003).

Em 1997 o Diário de Pernambuco publicou um artigo no qual atribuía os danos estruturais com ruptura das alvenarias do edifício Aquarela em Piedade, Jaboatão dos Guararapes - PE, a expansão por umidade (EPU). Esta conclusão partiu de um relatório técnico realizado pelo Conselho Regional de Engenharia e Arquitetura e Agronomia (CREA-PE), elaborado a partir de pesquisas efetuadas no DEMa/CCT/UFCG. Neste edifício, os blocos cerâmicos do embasamento perderam a resistência a compressão, em aproximadamente 20% em virtude da ação da umidade. Os pesquisadores afirmaram ainda que qualquer cerâmica queimada abaixo de 1000°C, como foi o caso do edifício Aquarela, está sujeita a expandir-se e ficar menos resistente (Miranda et al., 2000).

Neste estudo, foram coletados blocos cerâmicos afetados e não afetados pela ação da umidade. Estes corpos de prova foram submetidos aos ensaios de resistência mecânica à flexão, autoclavagem e dilatométrica para determinação da expansão por umidade. Neste trabalho, foram calculadas três tipos de EPU's: EPU real, EPU total e EPU futura. Os resultados de EPU dos corpos de prova sem tratamento térmico foram denominados EPU real e os resultados de EPU dos corpos de prova após tratamento térmico e autoclavagem, denominados EPU total, sendo a EPU futura, a diferença entre a EPU total e a EPU real. Todos os três tipos de EPU's foram bastante superiores ao limite aceitável para blocos cerâmicos que é 0,03% (0,3mm/m) proposto pela especificação AS 1226.5 (1984). Os resultados evidenciaram o fenômeno de expansão por umidade como um dos fatores determinantes da falência estrutural do edifício.

Em novembro de 1999, o edifício Éricka construído em 1987, localizado em Olinda-PE, com sua fundação composta por blocos cerâmicos e blocos de cimento em sua maioria, desabou deixando quatro vítimas fatais e sete feridos. Dois meses depois, o edifício Enseada do Serrambi, situado a cerca de 2 km do edifício Éricka, também veio a desabar. Segundo dados do relatório feito pela Fundação de Apoio

ao Desenvolvimento (Fade) da UFPE em dezembro de 2000, 52 edifícios construídos em alvenaria estrutural, tipo caixão, em Olinda-PE, estão com segurança comprometida.

Os problemas encontrados nos edifícios na grande Recife são agravados pela presença de água com elevados teores de sais, bem como por terem sido construídos em terrenos alagados ou alagáveis. Esta quantidade excessiva de água favorece ao desenvolvimento da EPU. Segundo Berberian (2004), o CREA-PE avalia que na região metropolitana do Recife cerca de 6.000 (seis mil) prédios, do tipo caixão, estão sujeitos a problemas de fundação em virtude da infiltração de água no solo.

O problema da EPU em cerâmica vermelha foi estudado por Campos et al., (1999) através dos métodos de imersão em água, fervura, panela de pressão e autoclavagem, em escala de laboratório. Os resultados obtidos para EPU nas amostras estudadas mostraram que, na maioria dos casos, houve uma tendência crescente da EPU com a severidade das condições de ensaio. Estas amostras foram submetidas aos ensaios de resistência mecânica à flexão, que mostram que houve um decréscimo considerável na sua resistência mecânica com o aumento da severidade dos ensaios. Estes resultados evidenciam provavelmente a causa de danos estruturais em construções em regiões de lençol freático elevado e/ou potencialmente alagáveis.

### **2.3.9 Determinação da EPU e Normatização**

A determinação da EPU é geralmente feita através da medição do corpo de prova após ser submetido ao autoclave (AS 1226.5, 1984) ou água fervente (ISO 10545-10, 1995 e ABNT NBR 13818-J, 1997). Estas normas sugerem que a EPU para blocos cerâmicos (tijolos) seja de 0,3 mm/m (0,03%) e que a EPU máxima para o piso seja de 0,6 mm/m (0,06%), respectivamente.

A determinação da expansão já sofrida pelo corpo cerâmico durante o período que esteve em uso, desde o processo de fabricação, é considerada muito importante quando se deseja determinar se a falha de um produto foi consequência

ou não da EPU e é determinada através da requeima do material. A determinação da expansão total, que seria a expansão que o corpo cerâmico poderia desenvolver durante toda sua vida útil, que é em geral obtida através de ensaios acelerados, como fervura ou autoclavagem, tem por fim conhecer a expansão futura do produto nas condições de serviço e por seguinte evitar falhas ou danos das peças quando já em uso.

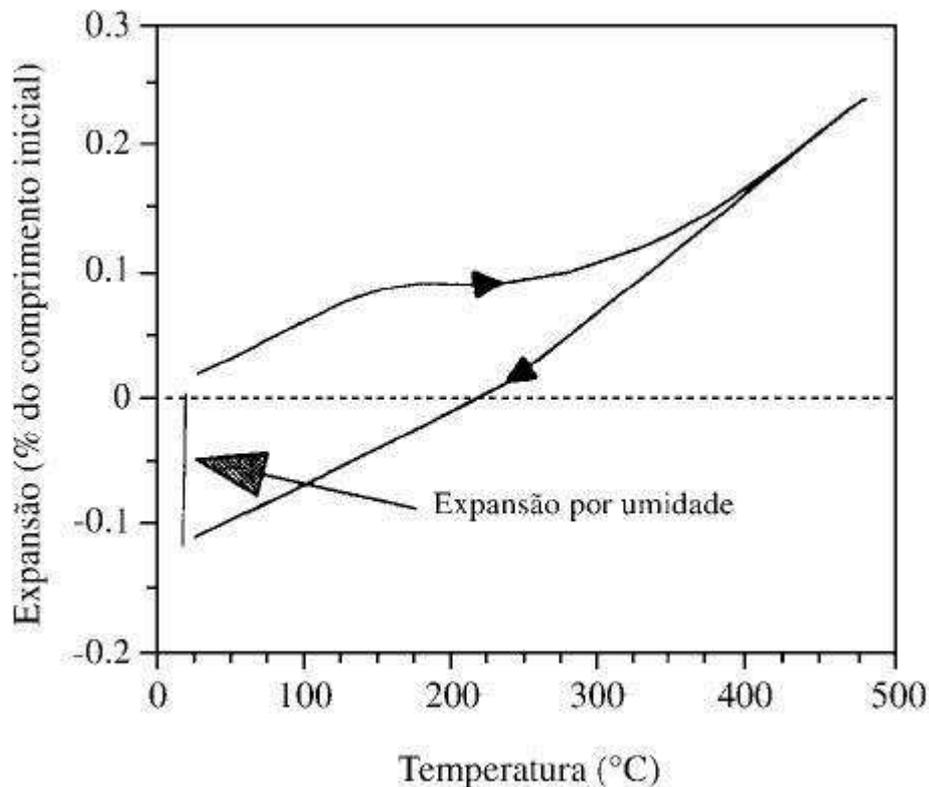
### **2.3.9.1 Determinação da Expansão Sofrida (Atual)**

Lomax e Ford (1983) sugeriram que a expansão por umidade ocorrida em blocos cerâmicos (tijolos) poderia ser determinada através de um reaquecimento, eliminando desta forma qualquer expansão por umidade desconhecida, ocorrida entre o descarregamento do forno e a estocagem do material. A partir deste estudo, Robinson (1985) levantou diversas questões, argumentando se a expansão por umidade era completamente reversível qual temperatura deveria ser usada para remover esta expansão? A partir deste questionamento, ele desenvolveu um estudo sobre a reversibilidade da expansão por umidade através de dilatométrica e concluiu que, em alguns casos, a EPU pode ser removida por aquecimento em temperaturas na faixa entre 400°C e 500°C, sendo a temperatura de reaquecimento um parâmetro de grande importância, pois temperaturas elevadas podem conduzir a uma sinterização adicional, levando a valores mais altos de EPU do que a expansão real.

Segundo Bowman (1996), a expansão irreversível medida em blocos cerâmicos e revestimentos é devida a combinação de diversos componentes possíveis, incluindo a EPU, alívio de tensões térmicas e cargas externas aplicadas. Além disso, a presença de certos minerais pode introduzir sua própria expansão característica, isto é, devido a expansão das partículas quando submetidas à umidade, o material pode sofrer microtrincamento com conseqüente redução de sua elasticidade e capacidade de recuperar suas dimensões originais no reaquecimento. A presença destes minerais, que expandem o suficiente para causar microtrincamento, irá impedir a detecção da real EPU através de ensaios de reaquecimento.

A análise dilatométrica é um dos métodos utilizados na indústria para caracterizar cerâmicas ou outros materiais similares quanto à sua estrutura e propriedades, pois fornece informações valiosas sobre fenômenos que podem ocorrer quando o material em estudo é progressivamente aquecido. Em casos específicos, certas informações podem ser igualmente obtidas com o resfriamento da amostra após o tratamento térmico, como é o caso da expansão por umidade. As curvas dilatométricas registram as alterações dimensionais experimentadas pelas amostras, desde a simples expansão térmica, ligada ao coeficiente de dilatação, até às devidas aos vários fenômenos que podem ocorrer, entre eles, a eliminação de constituintes, reações e transformações estruturais e sinterização (Bowman, 1996). A Figura 2.8 ilustra uma curva típica para determinação da EPU. Esse gráfico mostra uma curva onde o material está sofrendo uma reversão da EPU após aquecimento a aproximadamente 500°C, sendo essa medida obtida pela diferença entre os pontos inicial e final da curva.

O ensaio de dilatométrica pode ser influenciado pela utilização de dois ciclos de queima (convencionalmente só se utiliza um ciclo), em virtude de possível histerese na requeima, já que se sabe que quando se reaquece um material composto por agregados heterogêneos de cristais anisotrópicos, os grãos expandem-se diferentemente em várias direções, dando origem a espaços vazios (microtrincas). Quando do resfriamento esses espaços vazios tendem a fechar-se mas nunca conseguem reproduzir os mesmos movimentos do aquecimento, de modo que alguns espaços podem permanecer, havendo variação permanente das dimensões. Já tendo sido ressaltado que as retrações não características nos ciclos que passam pela temperatura de inversão do quartzo também são manifestações desse fenômeno (Menezes et al., 2002).



**Figura 2.8** - Curva típica de peça que sofreu EPU ( Bowman, 1996).

Assim, o ensaio de dilatometria pode sofrer influência mais intensa da presença de quartzo livre no material por fazer uso de dois ciclos de queima, já que pode haver expansões irreversíveis em virtude da formação de microtrincas quando do deslocamento das partículas de quartzo da matriz vítrea provocado pela inversão de fase do quartzo. As expansões irreversíveis fazem-se evidentes na dilatometria pelo caminho percorrido pelo segmento da curva correspondente ao resfriamento. Se tal segmento se mantiver abaixo do segmento referente ao aquecimento é sinal que não há o deslocamento, caso contrário, haverá indicações da possibilidade de formação das microtrincas, havendo assim interferência nas determinações da EPU.

Bowman (1996) em seu trabalho, identificou possíveis deficiências nos métodos empregados na determinação da expansão por umidade, sugerindo um melhoramento na precisão das determinações da EPU, pelo uso do dilatômetro, com

temperatura de requeima de 450°C. Segundo Smith (1955), em superfícies de silicato fraturadas, a água adsorvida fisicamente (nas camadas mais externas) é eliminada abaixo de 705°C. Ao reaquecer a peça acima de 573°C, além de se eliminar a EPU, adicionam-se alterações dimensionais devidas a inversão do quartzo para o quartzo  $\beta$ , que ocorre nesta temperatura. Portanto, medidas realizadas em peças reaquecidas acima desta temperatura não podem ser indicadoras da real expansão por umidade eliminada.

Cole e Banks (1991) afirmaram que reaquecimentos em temperaturas da ordem de 500°C não fornecem a expansão total sofrida pelo corpo já que não o conduz a um estado semelhante ao da saída do forno, ressaltando ainda que a cinética de re-expansão desses corpos após queima não é igual à cinética de expansão original. Eles sugerem temperaturas de requeima da ordem de 900°C, indicando que essas temperaturas fornecem valores de EPU equivalentes a cerca de 90% da EPU sofrida pelo corpo desde o resfriamento no forno e que valores obtidos com a requeima a 500°C subestimam a expansão em no mínimo 0,01% (em valor absoluto). Quanto a influência da inversão do quartzo, afirmaram que a possível expansão permanente provocada por tal mineral quando da requeima a temperaturas acima de 573°C só se dá em corpos de textura grosseira, queimados a temperaturas inferiores a 1000°C e que, em virtude das características de fina textura das massas e altas temperaturas de queima empregadas na fabricação dos corpos cerâmicos modernos, é pouco provável que o efeito da expansão provocada pela inversão do quartzo influencie a determinação da EPU.

Gomes., et al (2000) estudaram uma amostra de cerâmica vermelha visando o uso de dilatometria em substituição aos métodos convencionais para determinação da expansão por umidade, bem como verificar a influência da temperatura de execução do ensaio de dilatometria nos resultados da EPU em virtude de modificações microestruturais. Os resultados obtidos indicaram que a temperatura de execução do ensaio de dilatometria da ordem de 500°C a 550°C tem pequena influência nos resultados de EPU. Há necessidade de cuidados especiais com a inversão do quartzo e que não sejam atingidas temperaturas nas quais são

retomados os fenômenos de sinterização; e que a temperatura de 900°C, próxima da temperatura de queima das amostras originais pode ser considerada demasiadamente elevada como temperatura de reaquecimento para determinação da EPU por dilatométrica pois, neste caso, não é possível separar a retração devida a recuperação da EPU, da retração devida às alterações estruturais causadas pelo prolongamento do tratamento térmico.

Menezes et al. (2005), analisaram as características de quatro amostras de revestimentos cerâmicos e concluíram que estas, quando submetidas às temperaturas de requeima de 550, 575 e 600°C, não apresentaram diferenças significativas da EPU atual e que os resultados apresentados estão de acordo com a literatura técnica, segundo a qual a granulometria das matérias-primas utilizadas na indústria de revestimentos cerâmicos é suficientemente fina para evitar os efeitos da inversão do quartzo.

Estudos evidenciaram que o grau de retorno de um corpo cerâmico às suas dimensões originais, após tratamento térmico, depende não apenas da temperatura de requeima a que é submetido, mas também da duração deste tratamento, da composição do corpo e da temperatura e taxa de aquecimento a que foi submetido na queima original (Bowman, 1996).

Diante do exposto, observa-se que há duas linhas opostas para a determinação da EPU atual por dilatométrica:

- reaquecimento a temperaturas inferiores a 573°C, com o que se evita a transformação de fases, sobretudo a transformação do quartzo para o  $\beta$ ;
- reaquecimento a temperaturas maiores que 573°C, com o que se consegue simular, em laboratório, as condições de queima do produto industrializado, reconstituindo a EPU das condições reais.

Como vimos, existem duas escolas de pensamento baseadas no reaquecimento a temperaturas baixas e altas. O fator complicador é que o processo de adsorção começa tão logo os produtos começam a resfriar-se ainda no interior do

forno, portanto deve-se estabelecer um ponto de referência para o início da medida que permita prever a EPU ou para avaliação da expansão passada (Bowman, 1996).

### **2.3.9.2 Determinação da Expansão Potencial (Total )**

A EPU em condições ambientais é um processo extremamente lento, devendo-se aplicar condições que acelerem este processo para a determinação da EPU total e conseqüentemente a EPU futura dos corpos cerâmicos em estudos de laboratório.

O ensaio de autoclave é largamente mencionado na literatura e muito utilizado na prática industrial. Este ensaio consiste em submeter as peças a condições extremamente severas, onde elas permanecem em contato com vapor d'água saturado a pressão e temperatura elevadas. A norma ASTM C370 (1994), para revestimentos cerâmicos, propõe que este ensaio seja realizado a uma pressão de vapor saturado de 1,035 MPa (~150 PSI) durante um período de 5 h.

Outro ensaio também muito utilizado na determinação da expansão futura de corpos cerâmicos é a "fervura", onde os corpos de prova são submetidos a um período de fervura. A norma ISO 10545-10 (1995), para revestimentos cerâmicos, estabelece um período de 24 h em que as peças devem permanecer imersas em água fervente.

Não há uma uniformidade entre os pesquisadores com relação a realização dos ensaios de EPU. Chiari et al. (1996a) afirmaram que a avaliação da EPU deve seguir rigorosamente os procedimentos descritos na norma ISO 10545-10 (1995) tanto no que se refere ao condicionamento das amostras quanto a medida da EPU propriamente dita. Muito embora o ensaio em autoclave seja muito usado, ele acabou sendo excluído da norma devido a controvérsias que ainda existem. Um dos principais argumentos utilizados contra esse método é que as amostras submetidas às condições extremas do autoclave podem vir a apresentar EPU muito maior que a observada em condições normais de uso. Para esses pesquisadores, dada a necessidade de se acelerar o processo de EPU para liberar ou não os produtos para

consumo, o ensaio em água fervente parece ser a melhor opção para utilização industrial.

Dados obtidos para o tratamento de peças cerâmicas porosas em autoclave (Enrique et al.,1990) demonstram que:

- aumentando-se a pressão de vapor, aumenta a expansão por umidade;
- aumentando-se o tempo de tratamento em autoclave, aumenta a EPU;
- efetuando-se o tratamento em autoclave em ciclo único ou em vários ciclos, desde que o tempo total seja o mesmo, a EPU é a mesma.

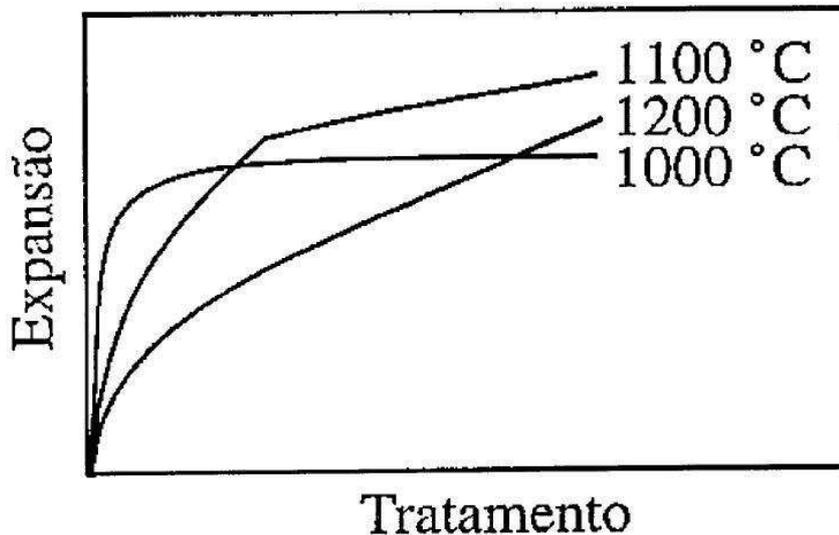
Curvas características da EPU em relação ao tempo de tratamento em autoclave, para diferentes temperaturas de sinterização, estão contidas na Figura 2.9. Podem ser observadas, nestas curvas, três regiões características:

- uma região inicial de rápido aumento da expansão por umidade;
- a seguir passam por uma zona de transição;
- e finalmente chegam a uma região em que a inclinação da curva é bastante menor que a das anteriores, ou seja, uma zona final de crescimento lento e constante.

As curvas de expansão por umidade em peças sinterizadas a 1000, 1100 e 1200°C demonstram uma maior inclinação na região final para a temperatura de 1200°C e inclinação zero para a temperatura de 1000°C. Para maiores temperaturas de sinterização, maior quantidade de fase vítrea é formada e uma maior inclinação na região final da curva é observada. Isto comprova a teoria da contribuição da fase vítrea na zona final da curva de EPU, elaborada a partir dos experimentos de Smith (1955).

O ensaio de fervura também apresenta algumas controvérsias, com alguns pesquisadores indicando que as condições não propiciam a obtenção da verdadeira expansão total do material, por possuir condições bem menos severas que a autoclavagem, enquanto outros estudiosos defendem a utilização de modelos matemáticos baseados em expansões por umidade naturais, para se prever a

expansão dos corpos cerâmicos. Assim observa-se que, de certa forma, a fervura se situa entre os demais ensaios, sendo provavelmente por isso escolhido como método de ensaio para constar em norma.



**Figura. 2.9** - Expansão por umidade em função do tempo de tratamento após queima em três temperaturas (Bowman, 1996).

Os métodos de fervura e autoclave, como meio de prever a expansão que irá ocorrer na peça a longo prazo, quando em serviço, apresentam desvantagens em virtude de seus resultados não apresentarem correlação aparente com as medidas de EPU obtidas em condições ambientais. Aumentando-se a temperatura e a pressão, não apenas se acelera os mecanismos de expansão que operam em condições normais mas, também, condições severas podem induzir outros mecanismos que não ocorreriam ou seriam muito lentos em baixas temperaturas e pressões. Reações que, normalmente, não ocorreriam ou seriam demasiadamente lentas, podem ocorrer, se as condições de temperatura e pressão favorecem a energia de ativação necessária ao processo. Além disso, vários fatores que influenciam o processo de expansão por umidade, na realidade, não podem ser completamente levados em conta nos ensaios de laboratório como, por exemplo, a inconstância da umidade relativa e temperatura do ambiente, impossibilitando a obtenção de valores exatos para a correlação com as condições de ensaio.

Há também que se considerar a expansão ocorrida nas peças antes de serem ensaiadas, já que é sabido que elas começam a expandir já no resfriamento, no interior do forno. As normas ISO 10545-10 (1995) e ABNT (NBR 13818, 1997), para revestimentos cerâmicos, indicam que as peças devem ser reaquecidas a uma temperatura de aproximadamente 550°C, mantidas nesta temperatura por 2h e resfriadas em um dessecador, antes de serem ensaiadas por fervura, afim de eliminar a EPU que porventura tenha ocorrido até o momento do ensaio.

Logo, na utilização de qualquer dos métodos deve-se definir precisamente os parâmetros dos mesmos, de modo a evitar discrepâncias entre os resultados obtidos em um mesmo ensaio, realizado várias vezes. Estes parâmetros são (Singer e Singer, 1971):

- as condições para a realização da primeira medida da peça, se recém-retirada do forno ou se reaquecida;
- o período de exposição ao vapor, no caso do tratamento em autoclave, ou o período de imersão na água fervente, considerando o tempo necessário para alcançar a pressão e temperatura desejadas;
- o tempo entre o final do tratamento e a tomada de medida da peça, já que a peça continua a expandir após o ensaio;
- a resolução dos instrumentos de medida (deve ser, de no mínimo, um centésimo de milímetro).

Menezes (2001) estudou a expansão por umidade e as características cerâmicas de vinte e três amostras de pisos cerâmicos frente a normatização da ABNT. Os resultados obtidos deste estudo permitem afirmar que a maioria dos revestimentos apresentaram EPU, após fervura por 24h, entre 0,01 e 0,03%, verificando-se também que o ensaio de fervura propicia um fator indesejável na determinação da EPU, a lixiviação do material. A lixiviação foi comprovadamente observada em alguns corpos-de-prova de algumas amostras, mascarando os dados de EPU e em alguns casos impossibilitando a determinação de valores confiáveis de EPU. Ele concluiu que a metodologia utilizando a dilatométrica para determinação da

EPU é a mais adequada para minimizar os efeitos da lixiviação sobre corpos-de-prova, e também que a fervura não é um ensaio muito severo no sentido de induzir a EPU's muito acima das expansões sofridas pelos revestimentos até o momento de saída do forno.

Campos (2002), observou que valores de EPU em blocos cerâmicos obtidos por fervura em 24h são duas a três vezes inferiores aos valores de EPU obtidos por autoclavagem ao longo de 5h utilizando uma pressão 0,7 MPa (~100 PSI) numa temperatura de 161°C.

Pereira (2002) estudou a composição de argilas naturais com diferentes teores de cálcio para utilização em revestimentos cerâmicos e seus efeitos na EPU, apontando a dilatométrica como boa ferramenta para análise de expansão por umidade.

Raposo (2003), afirma que a EPU verdadeira ou real não está reproduzida através dos processos de fervura e autoclavagem, pois a severidade imposta pelos tais processos impõe elevadas temperaturas e pressão, o que, além de provocar a desejada agilização dos mecanismos da EPU, desencadeiam efeitos colaterais.

Menezes et al. (2005), correlacionaram resultados da EPU potencial por eles obtidos com dados da literatura técnica e admitiram que a expansão resultante da imersão por 90 dias seria aproximadamente equivalente à EPU natural de 1 ano e que a EPU obtida por autoclavagem por 4 h utilizando uma pressão de 0,7 MPa (~100 PSI), seria aproximadamente igual à EPU natural verificada após 30 anos de exposição às condições ambientais.

### **2.3.9.3 Determinação da Expansão Futura**

A EPU futura é a que representa o quanto de fato se expandirá, sob efeito da ação deletéria da umidade, ao longo do tempo em que a peça cerâmica estiver trabalhando. Numericamente é determinada subtraído-se da expansão potencial (total), o valor da EPU atual.

Através do conhecimento da EPU futura, pode-se descartar a ação degenerativa das tensões internas originadas pelo aumento de dimensões da peça cerâmica desde a sua fabricação até o momento da sua aplicação (Andrade, 2008).

## 2.4 Considerações sobre o Quartzo em Produtos Cerâmicos

Matéria-prima não plástica, o quartzo é uma das várias formas de sílica ( $\text{SiO}_2$ ). Suas fortes ligações Si-O lhe conferem alta dureza e elevada estabilidade química, além de ser um dos minerais com maior pureza na composição química (Zauberas, 1999).

O aquecimento do quartzo conduz a uma transformação polimórfica da fase para a fase  $\beta$  a  $573^\circ\text{C}$ . A  $867^\circ\text{C}$ , há a transição do quartzo  $\beta$  para a tridmita hexagonal (alta temperatura) e a  $1470^\circ\text{C}$  a forma termodinamicamente estável é a cristobalita  $\beta$ , que se funde a  $1727^\circ\text{C}$ . As três formas mais comuns da sílica: quartzo, tridmita e cristobalita, apresentam fases cristalinas de baixa ( $\alpha$ ) e alta ( $\beta$ ) temperatura. Porém, ao passo que as transformações reversíveis  $\alpha \rightleftharpoons \beta$  acontecem quase instantaneamente por se tratarem de um rearranjo estrutural sem ruptura das ligações atômicas (reações de inversão ou deslocativas), as reações entre quartzo, tridmita e cristobalita são muito lentas, pois envolvem rupturas entre as ligações e rearranjo da estrutura tetraédrica (reações de conversão ou reconstrutivas). Assim, em uma queima rápida as principais fases da sílica presentes são o quartzo de baixa e de alta temperatura (Zauberas, 1999).

O quartzo reduz a plasticidade da massa e diminui as retrações de secagem e de queima. É também o principal controlador do coeficiente de dilatação térmica linear do produto cerâmico acabado, já que permanece praticamente inerte em temperaturas de queima inferiores a  $1200^\circ\text{C}$ , sendo o teor de quartzo presente após a queima não muito diferente do inicial (Garcia et al., 1997).

No aquecimento, a inversão do quartzo não acarreta conseqüências graves ao produto. As partículas ainda não estão consolidadas, o fluxo viscoso e o desenvolvimento da fase vítrea na queima auxiliam no alívio das tensões geradas.

Porém, no resfriamento, a inversão é sempre acompanhada de surgimento de trincas. O produto queimado já adquiriu a rigidez final e na temperatura em que ocorre a inversão, a matriz cerâmica não apresenta mobilidade suficiente para acompanhar a retração do quartzo.

Zauberer e Riella (2001), estudaram a influência do teor e distribuição de tamanho de partículas de quartzo nas propriedades mecânicas de monoporosas e concluíram que o aumento do teor e do tamanho deste mineral nas massas, conseqüência da própria variação natural da composição das matérias-primas, aumenta o coeficiente de dilatação térmica linear e acarreta uma redução na resistência mecânica do produto acabado, em casos extremos, torná-lo inadequado ao uso.

Júnior et al. (2004) apresentaram resultados dos testes de adição de um tipo de quartzo filito alterado, às argilas de uma mina da região de Rio Claro-SP e observaram que a adição do filito às massas cerâmicas para revestimento em proporções de até 5% gerou peças com boas propriedades físico-mecânicas, devido ao fato deste estar alterado e com granulometria fina, melhorando o empacotamento das partículas durante a prensagem das massas e conseqüentemente a sinterização dos corpos-de-prova.

Hotza et al. (2004) mostraram a influência do quartzo proveniente de adições externas e também provenientes das próprias matérias-primas utilizadas nas massas porcelânicas. E concluíram que a origem do quartzo não tem influência sobre sua ação na deformação piropiástica. Isto é, tanto o quartzo proveniente de adições externas, quanto o quartzo proveniente das próprias matérias-primas causa um aumento na deformação piropiástica.

Bragança e Bergmann (2005) analisaram vários trabalhos que gerassem subsídios para a compreensão dos fatores que concorrem para a definição da resistência mecânica em porcelanas e mencionaram o trabalho de Carty (1998), no qual salienta a importância do tamanho da partícula de quartzo como fator predominante na resistência mecânica de porcelanas. Os pesquisadores também citaram o trabalho de Masson que levantou a controvérsia devida à constatação experimental de que em uma porcelana dura (elevada temperatura de queima), a resistência mecânica diminuiu para teores crescentes de quartzo no intervalo entre 15 e 25% e aumentou para teores acima de 30%. O pesquisador P. Rado (1971), explica em seu artigo que o aumento de quartzo em amostras de elevado teor deste

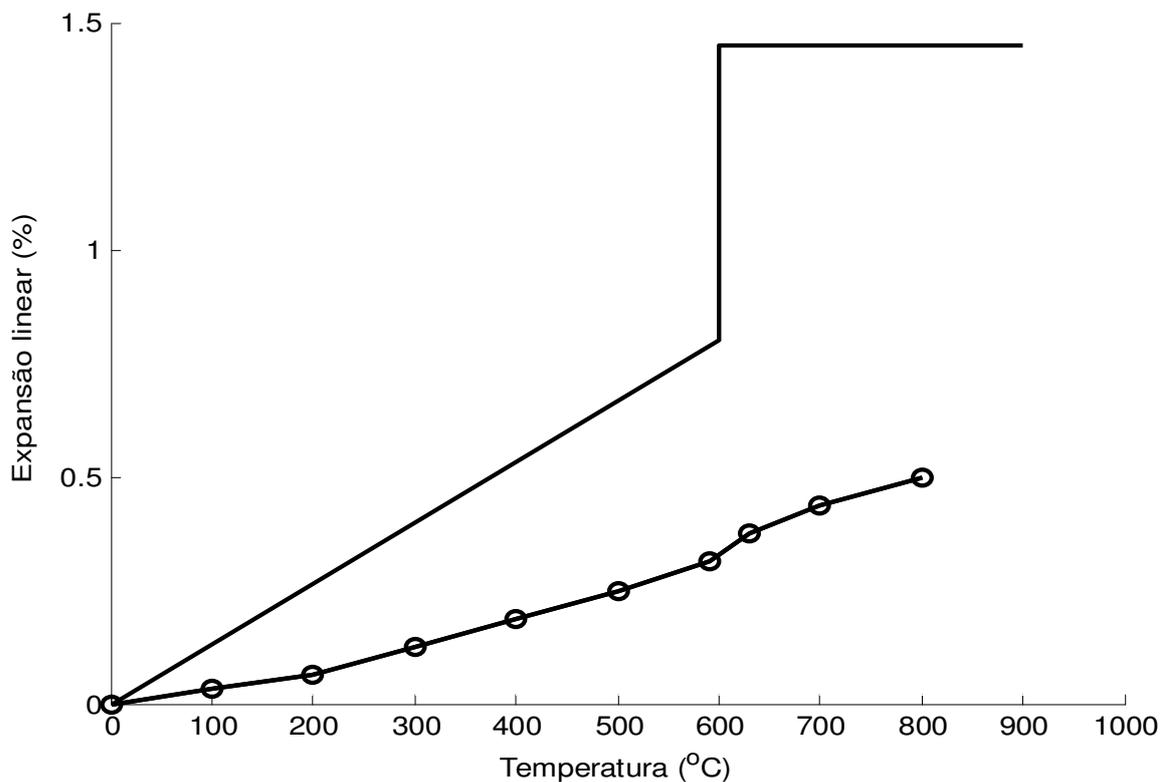
material não promove mais a dissolução do mesmo na fase vítrea devido à saturação de sílica na fase vítrea, de modo que a presença de partículas de quartzo restringe a propagação das trincas de Griffith. Portanto, os autores concluíram que a resistência mecânica de porcelanas é conseqüência das propriedades intrínsecas das matérias-primas, da preparação dos corpos e da extensão do processo de queima.

#### **2.4.1 Influência da Inversão do Quartzo no Produto Acabado**

Segundo Zauberas (1999), a capacidade de uma substância química cristalizar com mais de um tipo de estrutura (como função de mudanças na temperatura, pressão, ou ambas) é conhecida como polimorfismo. Os principais mecanismos de mudança de uma forma polimórfica para outra são:

- reconstutivo, que envolve lento e extensivo rearranjo estrutural com ruptura de ligações atômicas;
- deslocativo, rápido e reversível envolvendo apenas um leve desvio das posições e ângulos de ligações atômicas;
- de ordem-desordem, reversível onde a ordem que caracteriza um estado cristalino é gradualmente substituída por um estado de aleatoriedade dos átomos ou íons presentes.

No resfriamento, após a queima de um produto cerâmico, quando as partículas de quartzo  $\beta$ , não dissolvidas na fase vítrea, presentes no produto queimado atingem  $573^{\circ}\text{C}$  (podem ocorrer variações de alguns graus de acordo com a presença de certos óxidos), elas passam por uma transformação polimórfica deslocativa da fase  $\beta$  para  $\alpha$ , acompanhada de uma brusca mudança de volume. O coeficiente de dilatação térmica linear ( ) do quartzo aumenta rapidamente a partir desta transformação, com uma taxa de retração das dimensões das células unitárias inicialmente tendendo a infinito e progressivamente diminuindo, conforme a Figura 2.10.



**Figura 2.10** - Expansões térmicas lineares do quartzo e de uma cerâmica triaxial (Zauberas, 1999).

No entanto, outras fases presentes no material não acompanham a retração das partículas de quartzo que possuem um  $\alpha$  entre  $12 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  (Garcia et al., 1997) e  $15 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  (Di Primio et al., 1996). Assim, as partículas de quartzo ficam submetidas a campos de tensões de tração impostos principalmente pela matriz vítrea, com um  $\alpha$  praticamente constante entre  $7 \times 10^{-6}$  e  $8 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ . A tensão acumulada é então aliviada pela geração de novas superfícies, através do surgimento de trincas. Para o produto acabado, a presença de defeitos internos significa perda de propriedades mecânicas (o módulo de ruptura diminui e a absorção de água aumenta) e a aparência pode ser comprometida nos casos em

que as trincas atingem a superfície. Particularmente em ciclos de queima mal dimensionados no resfriamento, com uma taxa ou um patamar inadequado na temperatura de inversão do quartzo, e em produtos com excessiva fase vítrea, o choque térmico pode levar à ruptura da peça.

De acordo com Chu (1976), em um corpo de quartzo-feldspato-argila (cerâmica triaxial), a principal causa de trincas internas é a súbita inversão do quartzo  $\beta$  para  $\alpha$  (com uma retração volumétrica de 0,85%), embora a anisotropia cristalina possa ser parcialmente responsável, conforme os valores do coeficiente de dilatação térmica linear ( $\alpha$ ) direcionais apresentados na Tabela 2.1, junto a outras características do quartzo.

**Tabela 2.1** - Características do quartzo  $\alpha$  e  $\beta$ .

Características	Quartzo	Quartzo $\beta$
Estabilidade (°C)	H573	574 - 870
Simetria	Hexagonal	Hexagonal
Grupo espacial	P3 <sub>2</sub> 21	P6 <sub>2</sub> 22
Volume da célula unitária (Å <sup>3</sup> )	112,93 (25°C)	118,11 (590°C)
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,6495 (25°C)	2,5334 (590°C)
$\alpha_{//c}$ (°C <sup>-1</sup> )	$15 \times 10^{-6}$ (0 - 573°C)	$9 \times 10^{-6}$ (1000°C)
$\alpha_{\perp c}$ (°C <sup>-1</sup> )	$26 \times 10^{-6}$ (0 - 573°C) $40 \times 10^{-6}$ (567°C)	$17 \times 10^{-6}$ (1000°C)

Fonte: Zauberas (1999)

Warshaw e Seider (1976), observaram a ocorrência de três tipos de trincas associadas à inversão do quartzo em um corpo queimado, constituído inicialmente de uma mistura caulinita/nefelina sianita calcinadas e quartzo. São elas: através dos grãos (interna), na interface grão/matriz (periférica) e na fase vítrea (matriz), sendo esta última a mais danosa. Os valores de resistência mecânica diminuíram com o aumento do tamanho dos grãos de quartzo na mistura. Com partículas menores que 25  $\mu\text{m}$  houve um predomínio de fraturas periféricas, onde a matriz agiu como uma barreira para a sua propagação.

Partículas maiores que 50  $\mu\text{m}$  conduziram aos três tipos de fratura, com maior incidência de fraturas na matriz (interconectadas e conseqüentemente mais danosas). Uma relação direta entre o aumento do tamanho dos grãos de quartzo e uma maior presença de trincas foi observada, assim como notou-se que a trinca passa dos anéis de dissolução, onde a tensão residual é maior ou as partículas não estão adequadamente aderidas à matriz vítrea para permitir a propagação da trinca através do grão. Como conseqüência destes três fatores - brusca redução volumétrica, diferença de retração entre o quartzo e a matriz vítrea e anisotropia de retração nos cristais de quartzo - surgem os defeitos no produto acabado.

## **2.5 Determinação das Propriedades Mecânicas de Corpos Cerâmicos Sujeitos à EPU**

Na literatura cerâmica são encontrados poucos dados relativos ao comportamento mecânico de blocos cerâmicos sujeitos à EPU. Neste contexto, com o objetivo de avaliar os efeitos da EPU na resistência mecânica dos corpos cerâmicos, realizou-se uma pesquisa bibliográfica, detalhando-se o ensaio de flexão mais utilizado nos estudos de resistência mecânica que é a flexão por três pontos.

Os ensaios de flexão são geralmente utilizados para caracterizar a resistência mecânica de materiais cerâmicos. A amostra para ensaio pode ter seção transversal circular, quadrada ou retangular, e deve ser uniforme ao longo do seu comprimento (Richerson, 1992).

O ensaio de flexão utilizando três pontos está esquematizado na Figura 2.11. A amostra é colocada sobre dois apoios e uma carga é aplicada no seu centro. A tensão de ruptura à flexão ( $T_{rf}$ ) para amostras de seção retangular pode ser calculada utilizando a fórmula geral de flexão ( $S$ ), mostrada na equação (2.3).

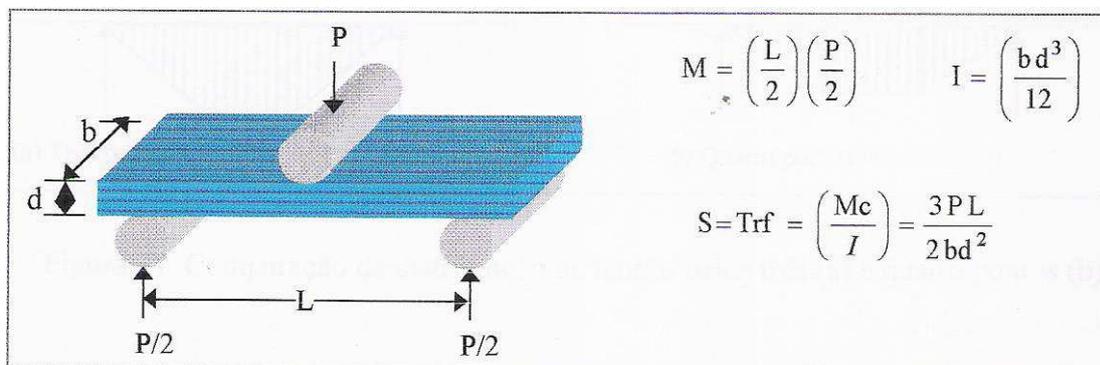
$$S = \frac{MC}{I} \quad (2.3)$$

Onde :  $M$  = momento fletor

$C$  = distância do eixo neutro da amostra a superfície de tensão

$I$  = momento de inércia.

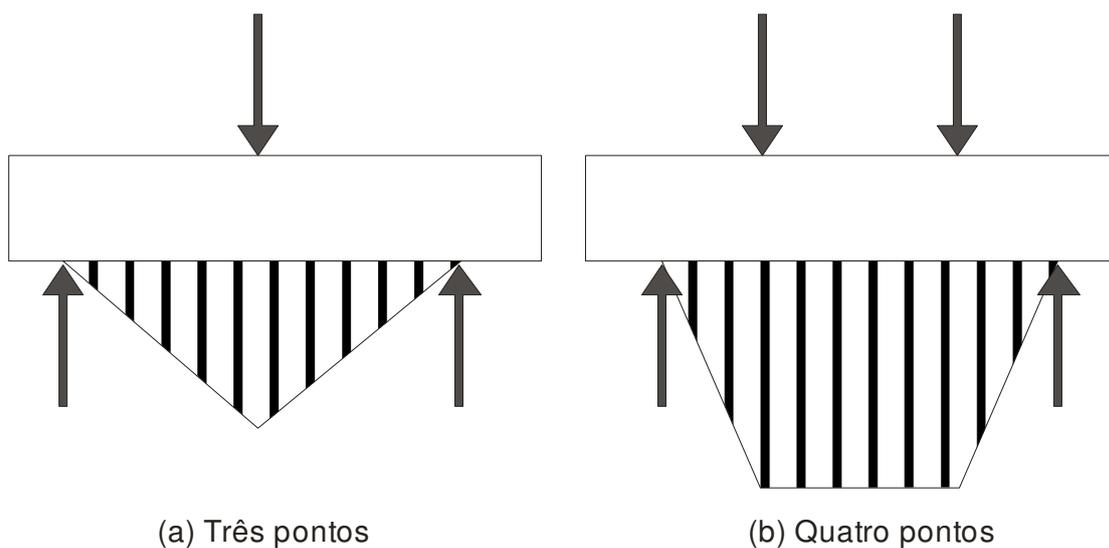
Para amostras retangulares  $I = bd^3/12$  e  $C = d/2$ , onde  $d$  é a espessura da amostra e  $b$  é a largura.



**Figura 2.11** - Ilustração esquemática da ruptura à flexão utilizando três pontos de carga.

A distribuição de tensões de flexão utilizando três pontos é mostrada na Figura 2.12a. O pico de tensão máxima ocorre ao longo de uma linha vertical; na superfície de ensaio da barra oposta à aplicação da carga. As tensões diminuem linearmente ao longo do comprimento da barra, chegando a zero nos pontos de apoio. A probabilidade da fratura ocorrer ao longo desta linha é bem maior.

A resistência mecânica depende de dois fatores: das características intrínsecas do material (incluindo a microestrutura) e da presença de microtrincas. Em certas condições, utilizando o ensaio de flexão por três pontos, observa-se que peças que possuem uma resistência à flexão relativamente elevada podem ter um maior número de defeitos e trincas do que peças que apresentam uma baixa resistência mecânica (Amorós et al., 2000).



**Figura 2.12** - Comparação da distribuição de tensão pelos três (a) e quatro pontos (b).

Richerson (1992) afirma que medidas de tensões de flexão pelos três pontos não revelam exatamente a tensão limite do material, exemplificando que para amostras de seção transversal retangular, o ensaio de flexão utilizando os três pontos resultou numa tensão de ruptura à flexão de 930 MPa e o ensaio de ruptura à flexão utilizando os quatro pontos, em barras similares resultou numa tensão de ruptura à flexão de 724 MPa, atribuindo tal comportamento à distribuição das falhas ao longo do comprimento das amostras e ao tipo de ensaio a que é submetido o corpo cerâmico.

Zauberas e Riella (2001), avaliaram o efeito de adições de quartzo, nas propriedades mecânicas de uma massa cerâmica adequada para a produção de revestimentos monoporosos, nos teores de 32 e 37% e tamanho de partículas

definidos. Os autores concluíram que a diminuição do módulo de resistência à flexão sofre uma maior influência do teor do que do tamanho das partículas do quartzo presente e que teores de 32% propiciam resistência mecânica adequada, com pouca influência do tamanho das partículas desta fase.

Campos (2002), estudou o comportamento mecânico de três amostras de massas plásticas de diferentes regiões do Estado da Paraíba para fabricação de blocos cerâmicos, antes e após autoclavagem por 5h, utilizando os métodos dos três e quatro pontos. A pesquisadora concluiu que, para as três amostras, houve uma tendência decrescente e considerável da resistência mecânica dos corpos cerâmicos com o aumento da severidade dos ensaios e, portanto, com o aumento da EPU.

Após as análises contidas na revisão bibliográfica podemos concluir fazendo algumas reflexões do enfoque apresentado anteriormente e evidenciar alguns pontos abordados sobre o fenômeno da expansão por umidade (EPU).

A grande maioria das pesquisas a respeito do fenômeno da expansão por umidade (EPU) está centrada em alguns países da Europa, Austrália, África do Sul, Estados Unidos e mais recentemente o Brasil através das Universidades Federais de São Carlos (UFSCar), de Santa Catarina (UFSC) e de Campina Grande (UFCG).

A participação do Brasil no contexto mundial é mais recente. Algumas pesquisas foram iniciadas nos departamentos de Engenharia de Materiais das Universidades Federais de São Carlos, de Santa Catarina e de Campina Grande. Na UFSCar e na UFSC, os trabalhos desenvolvidos deram ênfase em verificar os efeitos de carbonato de cálcio e magnésio sobre a EPU de corpos cerâmicos, principalmente em revestimentos cerâmicos. Na UFCG, além das pesquisas mencionadas anteriormente, já existem estudos sobre o fenômeno da EPU em blocos cerâmicos. No entanto, observa-se que o volume de pesquisas ainda é muito pequeno, havendo lacunas na literatura técnica sobre o assunto. Isto pode ser evidenciado através da pequena divulgação de trabalhos científicos sobre o tema em periódicos e congressos nacionais e internacionais.

Embora a EPU seja um tema há muito discutido, existem algumas controvérsias no que diz respeito aos métodos utilizados para sua determinação. No que se refere às temperaturas de requeimas, grande parte da discussão está voltada a questão da possível influência da inversão do quartzo na determinação da EPU e no fato de que a cinética de re-expansão dos corpos queimados em temperaturas da ordem de 500°C não é igual à cinética de expansão original. E que requeimas entre 800°C e 900°C podem induzir a re-sinterizações.

Diante do exposto, podemos concluir que o fenômeno da EPU não pode ser tratado de forma generalizada para todos os materiais cerâmicos, já que é dependente de vários parâmetros, devendo seu estudo ser particularizado para cada tipo de cerâmica de forma diferenciada de acordo com as matérias-primas e o processamento.

Quanto às perspectivas para estudos futuros sobre EPU, acredita-se que muitas análises serão desenvolvidas visando minimizar a EPU dos produtos finais e também contribuir para o preenchimento da tão preocupante lacuna hoje existente na literatura técnica.

## **CAPÍTULO III**

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo é apresentado o detalhamento relativo aos materiais e métodos utilizados no decorrer desta pesquisa. Os materiais serão, a seguir, relacionados com identificação de sua procedência. Todo o procedimento experimental foi realizado nos laboratórios da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), campus I.

#### **3.1 Materiais Utilizados**

Para o desenvolvimento desta pesquisa foram selecionadas amostras de: massa cerâmica industrial, argila plástica para uso em cerâmica vermelha e do quartzo que é a matéria-prima das incorporações.

As matérias-primas (massa industrial e argila plástica) foram provenientes de uma indústria de cerâmica vermelha localizada no município de Parelhas, estado do Rio Grande do Norte (RN).

A massa industrial é a mistura de duas argilas: uma mais plástica e uma menos plástica.

O quartzo foi proveniente da Serra do Morro do Careca no município de Carnaúba dos Dantas, estado do Rio Grande do Norte (RN). A amostra foi fornecida por uma indústria de beneficiamento de minerais industriais, localizada no município de Parelhas-RN.

### 3.2 Metodologia

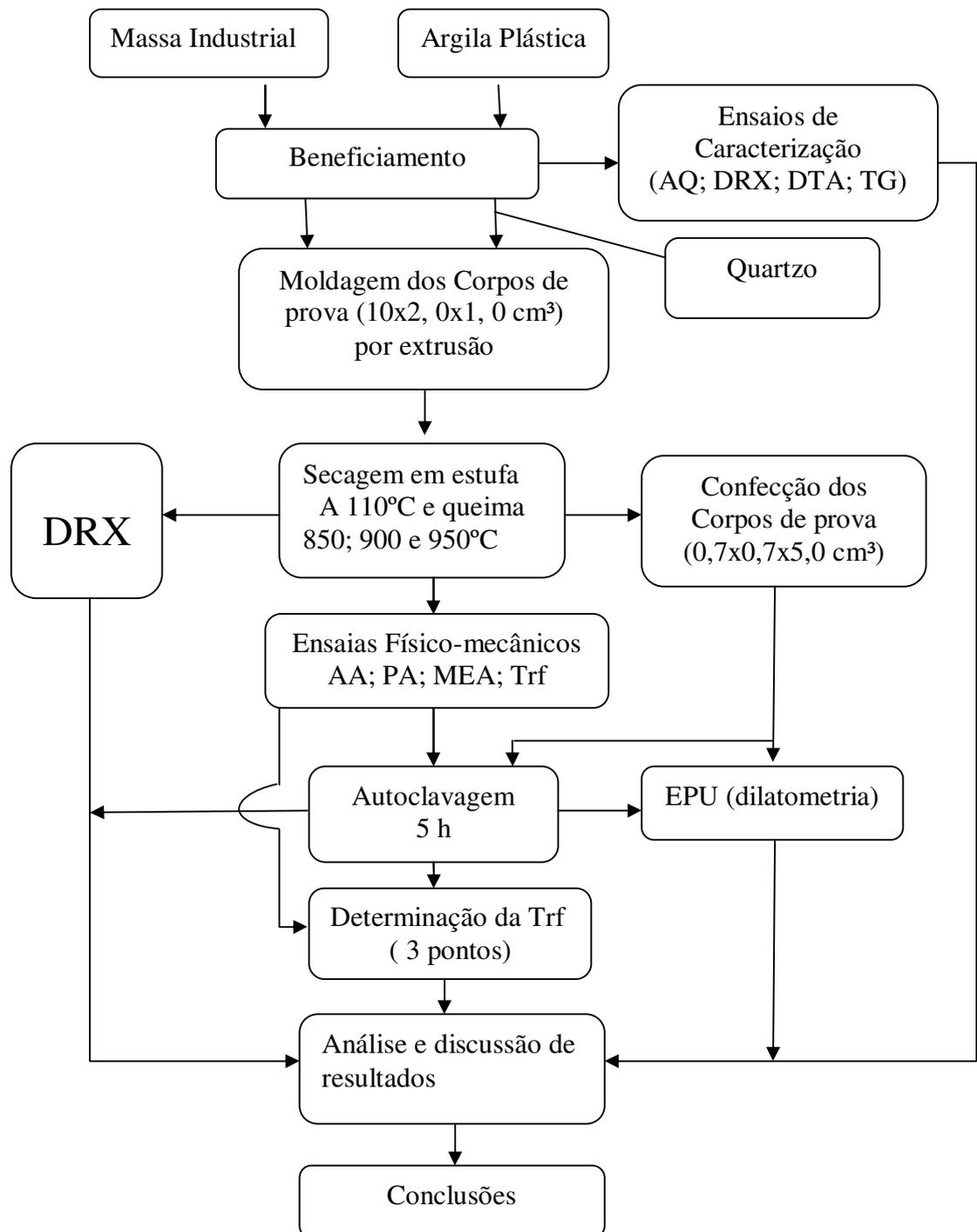


Figura 3.1 - Fluxograma da pesquisa

## **3.2.1 Ensaio de Caracterização**

### **3.2.1.1 Caracterização Física**

#### **3.2.1.1.1 Análise Granulométrica**

A distribuição granulométrica exerce papel fundamental no processamento e nas propriedades dos diversos tipos de produtos cerâmicos. As análises granulométricas foram determinadas com material passado 100% na peneira ABNT NBR nº 80 (0,177 mm), por meio de um sistema analisador de tamanho de partículas por difração a laser (granulômetro), marca Cilas, modelo 1064 LD, que possui faixa de 0,04 a 500 microns e emissores de laser secundários para uma melhor precisão na faixa do sub-mícron.

#### **3.2.1.1.2 Ensaio de Plasticidade**

As características de plasticidade das massas estudadas foram determinadas pelo método tradicional de Casagrande pelo qual se determina os índices de Atterberg. O limite de plasticidade corresponde à quantidade de água mínima necessária para uma massa cerâmica alcançar o estado plástico e, portanto, ser moldada por extrusão.

As amostras foram passadas em peneira ABNT NBR nº 80 (0,177 mm) e não na peneira ABNT nº 40 prescrita por normas. Tal modificação se deveu à necessidade de uma maior representatividade dos índices no processo de extrusão. Em seguida foram determinadas as características de plasticidade: limite de liquidez (LL), limite de plasticidade (LP) e índice de plasticidade (IP), segundo a norma ABNT NBR 6459 (1984) e ABNT NBR 7180 (1984)

#### **3.2.1.2 Caracterização Mineralógica**

Para a caracterização mineralógica das massas cerâmicas estudadas (massa industrial, argila plástica, argila plástica + 10% Quartzo, argila plástica + 20% Quartzo e argila plástica + 30% Quartzo), após secagem a 110°C por 24 horas, moagem e granulometria abaixo da peneira ABNT NBR nº 200 (0,074 mm), foram realizados os seguintes ensaios: análise química (AQ), difração de raios X (DRX), análise térmica diferencial (DTA) e análise termogravimétrica (TG).

### **3.2.1.2.1 Análise Química (AQ)**

A análise química (AQ) representa uma das análises mais importantes para se obter um alto nível de qualidade no ciclo produtivo, apesar de não permitir uma avaliação completa da composição mineralógica e das propriedades físico-químicas e tecnológicas. Neste ensaio normalmente se determinam: o teor de umidade, a perda ao fogo, a matéria orgânica e os óxidos presentes, tais como:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ . Os ensaios de análise química foram realizados, por fluorescência de raios X, no laboratório de caracterização de materiais - LCM/UAEMa/CCT/UFCG.

### **3.2.1.2.2 Análises Térmicas (DTA e TG)**

As análises termodiferenciais (DTA) e termogravimétricas (TG) são úteis em processamento cerâmico para indicar as faixas de temperatura em que ocorrem transformações endotérmicas e exotérmicas e as temperaturas onde ocorrem perdas de massa, respectivamente. As curvas térmicas foram obtidas através de um sistema de análises térmicas, modelo RB-3000 da BP Engenharia (Figura 3.2), com razão de aquecimento  $12^\circ\text{C}/\text{min}$ . A temperatura máxima para DTA e TG foi de  $1000^\circ\text{C}$  e o padrão utilizado na DTA foi óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) calcinado.

Os ensaios foram realizados no laboratório de cerâmica da UAEMa/CCT/UFCG, segundo a metodologia proposta por Souza Santos (1992).



**Figura 3.2** - Aparelho de análises térmicas modelo RB-3000-20 da BP Engenharia.

### **3.2.1.2.3 Difração de Raios-X (DRX)**

É o método mais utilizado para determinar a composição mineralógica das matérias-primas cerâmicas. Consiste em fazer incidir um feixe de raios X, previamente colimado e de comprimento de onda conhecido, sobre uma lâmina de pó que gira no centro do goniômetro. O feixe de raios X é difratado em ângulos que são característicos do retículo cristalino de cada substância, obtendo-se o correspondente difratograma (Santana, 2002). As análises de difração de raios X, foram realizadas em equipamento modelo XRD 6000 da Shimadzu, operando com radiação  $K\alpha$  de Cu a 30KV e 40 mA, com varredura entre  $2\theta::(5^\circ)$  e  $2\theta::(60^\circ)$  e velocidade de varredura de  $2^\circ/\text{minuto}$ .

## **3.2.2 Ensaio para Determinação das Propriedades Físico-mecânicas**

Foram efetuados ensaios para a determinação das seguintes propriedades físico-mecânicas: absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão com carregamento em três pontos.

Os resultados obtidos resultam da média aritmética de 10 corpos de prova e foram comparados com os resultados padronizados por Souza Santos (1992) e Barzaghi & Salge (1982).

### **3.2.2.1 Preparação dos Corpos-de-prova sem Incorporação do Quartzo**

As massas (industrial e plástica) foram submetidas a moagem, por via seca, em moinho tipo galga até granulometria abaixo da peneira ABNT NBR nº 80 (0,177 mm) e adição de água até obtenção de um teor de umidade adequado para sua extrusão (em média 20%). Para uma melhor plasticidade, as massas foram colocadas em repouso por um período de 72 h entre o término da operação de umedecimento e o início da moldagem. Os corpos-de-prova foram moldados em forma de barras prismáticas com dimensões de 10 x 2 x 1 cm<sup>3</sup> por extrusão em maromba de laboratório da marca Verdes, modelo BR 051 a um vácuo de 84,66 KPa, com hélices de 10 cm de diâmetro a uma velocidade de 5 cm/s, em boquilha de seção retangular.

Após moldagem os corpos-de-prova foram secos à temperatura ambiente por 24 h e em seguida colocados em estufa a 110°C por mais um período de 24 h para em seguida serem queimados nas temperaturas de 850, 900 e 950°C. A queima foi realizada em forno da marca EDG, modelo 3P-5, em atmosfera oxidante com velocidade constante de elevação de temperatura até a temperatura máxima, onde foram mantidos em patamar por 2 h, completando um ciclo de queima de 10 h. O resfriamento foi realizado naturalmente até atingir a temperatura ambiente (~30°C). Na etapa seguinte, foram separados os corpos-de-prova para os ensaios sem autoclavagem e os corpos-de-prova para serem autoclavados. O ensaio de

autoclavagem foi realizado utilizando uma pressão de 0,7 MPa (~100 PSI) por um período de 5 h numa temperatura de 161°C.

### **3.2.2.2 Preparação dos Corpos-de-prova com Incorporação de Quartzo**

Nesta etapa, o quartzo foi adicionado à argila plástica nas proporções 10%, 20% e 30% com granulometria abaixo da peneira ABNT NBR nº 200 (0,074 mm). A escolha destes teores se deu em virtude de já existir estudos semelhantes com placas cerâmicas e materiais porcelânicos. As massas (argila plástica) com incorporação de quartzo, nos teores especificados, foram preparadas conforme descrito no item 3.2.2.1.1.

### **3.2.3 Ensaio de Expansão por Umidade (EPU)**

Os corpos-de-prova destinados à determinação da EPU por dilatométrica, foram submetidos aos ensaios abaixo detalhados.

#### **3.2.3.1 Corpos-de-prova sem Autoclavagem**

Os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de EPU por dilatométrica, cuja finalidade é a obtenção das curvas de expansão térmica por aquecimento e resfriamento do material em estudo.

A preparação dos corpos-de-prova destinados à determinação da EPU por dilatométrica foi realizada da seguinte maneira: Os corpos de prova confeccionados em laboratório foram cortados nas dimensões 0,7 x 0,7 x 5,0 cm<sup>3</sup> e secos em estufa à 110°C para eliminar alguma umidade absorvida, e, após queima, foram resfriados naturalmente até atingirem a temperatura ambiente (~ 30°C).

#### **3.2.3.2 Corpos-de-prova com Autoclavagem**

Os corpos-de-prova, cuja preparação foi descrita no item 3.2.3.1, destinados à determinação da EPU por dilatométrica foram submetidos ao ensaio de autoclavagem, segundo método da U. S. Federal Specification (1959). Ao longo do estudo, os corpos-de-prova foram submetidos a uma pressão de 0,7 MPa (~100 PSI), durante um período de 5 h numa temperatura de 161°C.

Na dilatométrica, todos os corpos-de-prova foram ensaiados em aparelho da marca BP Engenharia modelo RB-3000-20, com velocidade de aquecimento de 5°C/min até a temperatura de 600°C, seguidos de resfriamento natural até a temperatura ambiente. Em geral, utilizou-se dois corpos-de-prova, no entanto, quando ocorreu diferença nos resultados maiores que 0,005%, foi utilizado um terceiro corpo de prova. O resultado da expansão por umidade (EPU) foi a média de duas determinações para cada condição de ensaio.

A opção pela temperatura de requeima de 600°C, se deu pela confirmação através da literatura técnica (Menezes et al.; 2005) de que não ocorre diferenças significativas entre esta temperatura e a temperatura de 573° C, tomada como referência para a transição do quartzo para o quartzo  $\beta$ .

### **3.2.4 Ensaio para Determinação da Resistência Mecânica antes e após Autoclavagem**

A resistência mecânica dos corpos de prova com e sem incorporação de quartzo, antes e após os ensaios de autoclavagem, foi determinada com os corpos de prova úmidos, através da tensão de ruptura à flexão utilizando o método dos três pontos. A distância entre os apoios adotada foi de 9,0 cm e a velocidade de carregamento de 0,5 mm/min.

Os ensaios de flexão foram realizados em máquina universal de ensaios da marca Instron, modelo 5582 do Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica da UFCG (Figura 3.3).

A tensão de ruptura à flexão, pelo método dos três pontos, foi calculada utilizando a equação (3.1) abaixo:

$$Trf = \frac{3}{2} \frac{Pl}{bh^2} \quad (3.1)$$

Onde:

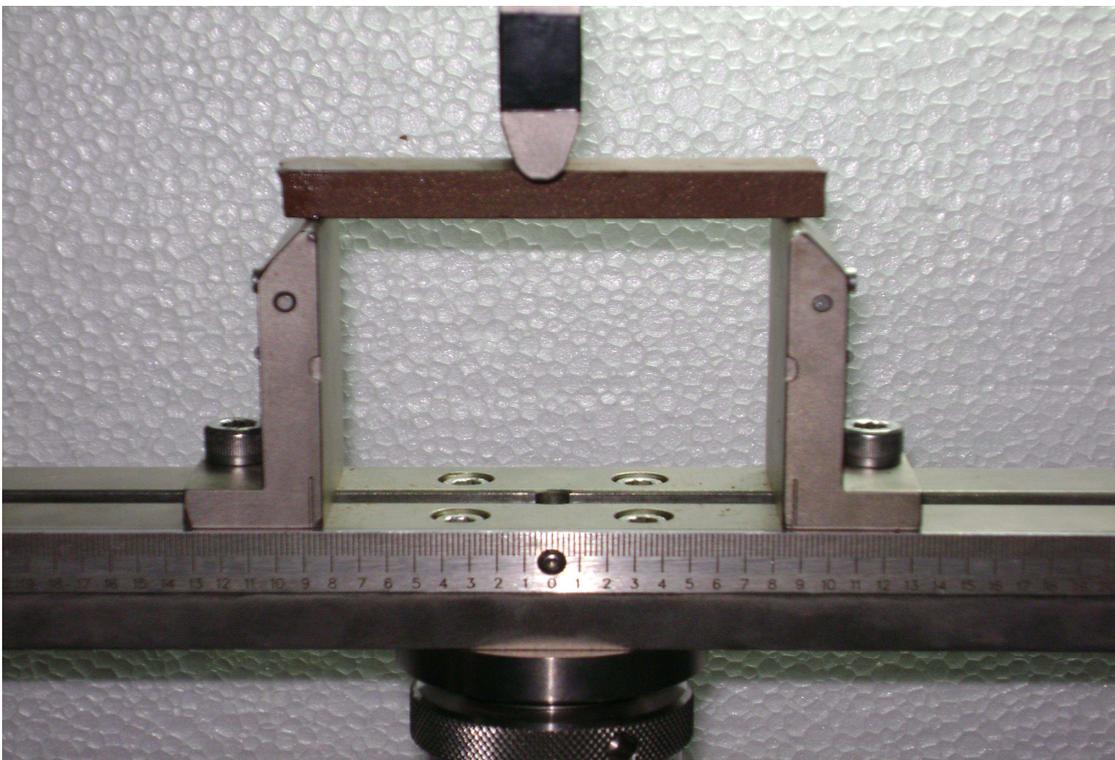
$T_{rf}$  = tensão de ruptura à flexão

$P$  = carga obtida para ruptura do corpo de prova

$l$  = distância entre os apoios

$b$  = largura do corpo de prova

$h$  = altura do corpo de prova



**Figura 3.3** - Esquema para ensaios de flexão (Máquina Instron 5582).

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos dos ensaios de: caracterização física, mineralógica, propriedades físico-mecânicas, de EPU e de resistência mecânica das massas: industrial e argila plástica (com e sem incorporação de quartzo). A caracterização física inclui a análise granulométrica em analisador de partículas por difração a laser e os ensaios de plasticidade pelo método de Casagrande. A caracterização mineralógica inclui a análise química, as análises termodiferencial e gravimétrica e a difração de raios-X. As propriedades físico-mecânicas incluem os resultados de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente. Os ensaios de EPU incluem os resultados obtidos por dilatometria e o ensaio de resistência mecânica à flexão inclui os resultados obtidos pelo método dos três pontos.

#### 4.1 Caracterização Física

##### 4.1.1 Análise Granulométrica

Na Tabela 4.1, estão apresentados os valores dos tamanhos médios equivalentes de partículas, por difração a laser. Nota-se que a amostra de massa industrial apresenta um diâmetro médio maior (16,51  $\mu\text{m}$ ) do que o da argila plástica (10,74  $\mu\text{m}$ ), ou seja, é menos argilosa que a outra. À medida que se adicionou o quartzo, ocorreu um acréscimo no tamanho do diâmetro médio das partículas. A Figura 4.1 apresenta a distribuição granulométrica por tamanho de partículas das amostras analisadas. Observa-se que as amostras apresentam um baixo percentual da fração argila. Considera-se a fração argila como aquela com diâmetro abaixo de 2  $\mu\text{m}$ . Assim a fração argila teria partículas menores que 2  $\mu\text{m}$ , a fração silte, entre 2 e 20  $\mu\text{m}$  e a fração areia teria as partículas com diâmetros maiores que 20  $\mu\text{m}$ . A fração argila está relacionada sobretudo aos minerais argilosos que são os

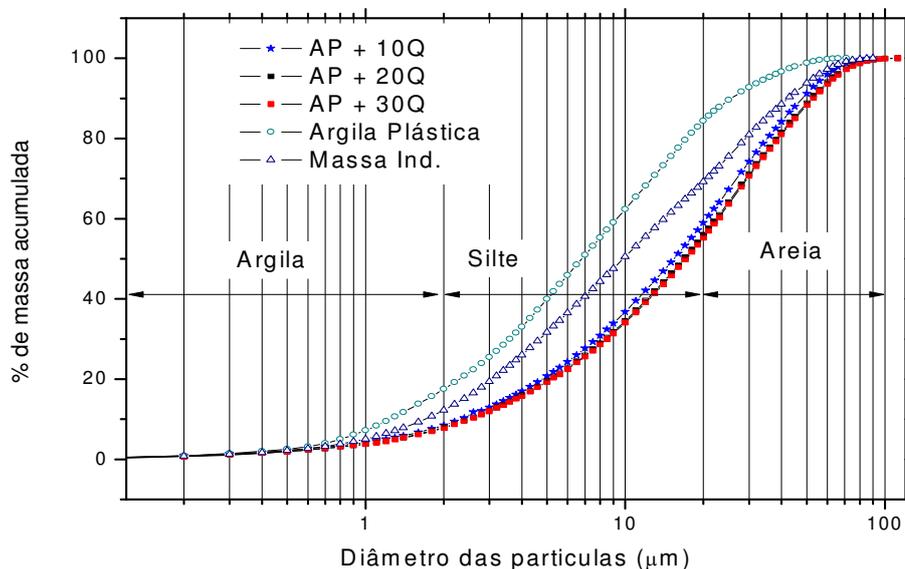
responsáveis pelo desenvolvimento da plasticidade do sistema argila+água (Macedo, 2005).

As amostras argila plástica + 10% quartzo, argila plástica + 20% quartzo e argila plástica + 30% quartzo, apresentam uma distribuição granulométrica muito próximas, o que pode ser observado pelas curvas da Figura 4.1.

**Tabela 4.1** - Tamanho das partículas por difração a laser.

<b>Amostras</b>	<b>Diâmetro (<math>\approx</math>m) a 50% da massa acumulada</b>	<b>Diâmetro médio (<math>\approx</math>m)</b>
Massa Industrial	9,81	16,51
Argila plástica	6,80	10,74
Argila Plástica+10%quartzo	15,39	20,68
Argila Plástica+20%quartzo	16,81	22,48
Argila Plástica+30%quartzo	17,12	22,84

Analisando as curvas da Figura 4.1, observa-se que a fração argila varia de 7,59% para a amostra argila plástica+30% de quartzo a 17,50% para a amostra argila plástica. A fração silte varia de 48,34% para a amostra argila plástica+30% de quartzo a 67,28% para a amostra argila plástica. Já a fração areia varia de 15,22% para a amostra argila plástica a 44,07% para a amostra argila +30% de quartzo.



Amostras	Argila (%)	Silte(%)	Areia(%)
AP +10Q	8,54	50,96	40,50
AP +20Q	7,93	48,40	43,67
AP +30Q	7,59	48,34	44,07
Argila Plástica	17,50	67,28	15,22
Massa Industrial	11,18	57,36	30,66

**Figura 4.1-** Distribuição granulométrica por tamanho de partículas das massas estudadas.

Em resumo, a análise granulométrica mostra que as massas estudadas são granulometricamente formadas com predomínio das frações silte mais areia.

## 4.1.2 Ensaios de Plasticidade

### 4.1.2.1 Índices de Atterberg

Na Tabela 4.2, estão apresentados os índices de Atterberg (LL, LP e IP) das amostras estudadas. O limite de liquidez (LL) corresponde à transição entre o estado líquido e plástico. Observa-se que os valores variaram de 36,90% (Massa Industrial) a 51,60% (Argila Plástica). Comparando esses valores com os determinados por Vieira et al (2000), observa-se que os mesmos estão dentro da faixa de valores (30 a 60%), previstos nestes estudos. O limite de plasticidade (LP) corresponde à quantidade de água mínima necessária para que uma massa possa alcançar o estado plástico e, portanto, ser moldada por extrusão. Observa-se que os valores variaram de 21,20% (AP + 30% Quartzo) a 32,37% (Argila plástica). Os valores

recomendados por Vieira et al (2000) para cerâmica vermelha situam-se entre 18 a 26%. Observa-se que as amostras: argila plástica e AP + 10%Q estão um pouco acima dos valores recomendados. Já o índice de plasticidade (IP) indica a faixa de consistência plástica de uma massa argilosa. Verifica-se que a faixa de valores variou de 11,67 (Massa industrial) a 19,23% (Argila plástica). Quanto maior o índice de plasticidade maiores serão a plasticidade e a faixa de consistência de uma massa cerâmica. Para cerâmica vermelha , são sugeridos IP de 10 a 20%, logo as amostras analisadas estão dentro da faixa de valores das massas utilizadas em cerâmica vermelha, moldadas por extrusão, segundo Vieira et al.,(2000).

**Tabela 4.2** - Índices de Atterberg das massas estudadas.

<b>Amostras</b>	<b>Limite de Liquidez (%) (LL)</b>	<b>Limite de plasticidade (%) (LP)</b>	<b>Índice de Plasticidade (%) (IP)</b>
Massa Industrial (MI)	36,90	25,23	11,67
Argila Plástica (AP)	51,60	32,37	19,23
AP + 10% Quartzo	43,60	28,40	15,20
AP + 20% Quartzo	39,20	24,80	14,40
AP + 30% Quartzo	39,00	21,20	17,80

Após análise destes resultados, segundo os critérios utilizados em mecânica dos solos (Caputo,1994), a amostra massa industrial pode ser classificada como

medianamente plástica ( $7 < IP < 15$ ) e as demais amostras como altamente plástica ( $IP > 15$ ).

## 4.2 Caracterização Mineralógica

### 4.2.1 Composição Química

A Tabela 4.3 apresenta a composição química das amostras analisadas.

**Tabela 4.3** - Composição química das massas estudadas.

Determin.	Teores (% peso)				
	M.Industrial	A. Plástica	AP + 10Q	AP + 20Q	AP + 30Q
<b>SiO<sub>2</sub></b>	45,21	41,80	47,90	53,40	57,88
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	23,28	22,09	20,74	18,47	16,97
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	9,99	10,44	9,53	8,37	7,43
<b>MgO</b>	4,28	3,79	3,36	3,13	2,81
<b>K<sub>2</sub>O</b>	3,15	2,69	2,65	2,40	2,19
<b>CaO</b>	1,50	1,25	1,04	0,96	0,89
<b>TiO<sub>2</sub></b>	1,12	1,00	0,92	0,80	0,73
<b>Outros</b>	0,74	0,61	0,52	0,36	0,16
<b>Perda ao Fogo (PF)</b>	10,71	16,32	13,31	12,09	10,93

**SiO<sub>2</sub>** - óxido de sílica; **Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** - óxido de alumínio; **Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** - óxido de ferro; **MgO** - óxido de magnésio; **K<sub>2</sub>O** - óxido de potássio; **CaO** - óxido de cálcio; **TiO<sub>2</sub>** - óxido de titânio; **SO<sub>3</sub>** - óxido de enxofre; **MnO** - óxido de manganês

De acordo com a Tabela 4.3, verifica-se que para todas as amostras analisadas, o teor de ferro, que confere à amostra analisada, após sinterização, a coloração vermelha, está dentro dos valores recomendados pela literatura técnica que é acima do valor de 5,0%. A perda ao fogo, para todas as amostras, foi superior a 7,0%, como verificado por Campos (2002); Vieira et al., (2004), Alves et al., e Macedo (2005). Observa-se que à medida que se adicionou o quartzo, houve redução da perda ao fogo em relação à amostra de argila plástica. Isto se deve em virtude da argila plástica possuir maior teor de argilominerais e quanto maior a quantidade de quartzo menor a quantidade de argilominerais. A perda de massa é função do teor de minerais que sofrem desidroxilação ou decomposição e também

de matéria orgânica. Assim, mostrou-se repetitiva quanto ao teor de quartzo incorporado, ou seja, maior teor adicionado, menor perda de massa.

Ainda de acordo com a Tabela 4.3, pode-se observar que as amostras apresentam certas semelhanças em suas composições químicas, isto pode estar relacionado com os altos teores das frações silte e areia em suas composições mineralógicas, observados na análise granulométrica. As amostras apresentam um alto teor de MgO que pode estar associado a traços de minerais acessórios. Os altos teores de K<sub>2</sub>O registrados, são provavelmente provenientes da estrutura cristalina dos minerais micáceos.

Com o objetivo de analisar as possíveis correlações entre EPU e a composição química, a semelhança dos estudos realizados por Young e Brownell (1959), Campos (2002) e Raposo (2003), foram calculadas as razões alumina/sílica (A/S) e óxidos de sódio + potássio/ alumina ((N+K)/A). Os valores destas razões estão apresentados na Tabela 4.4.

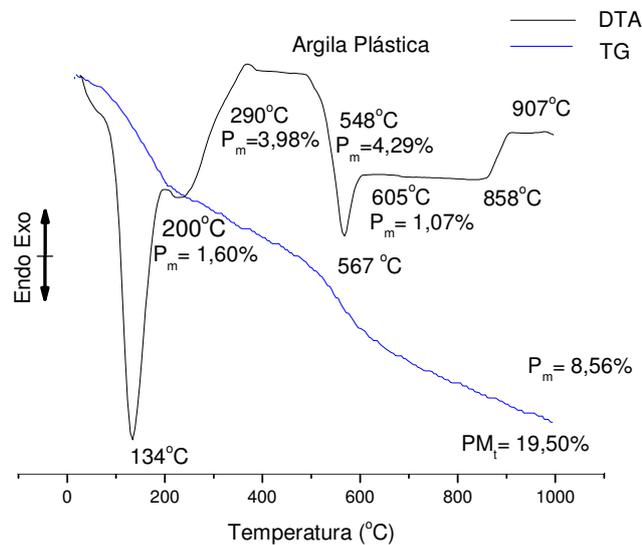
Observa-se, de acordo com a Tabela 4.4, valores muito próximos para as amostras estudadas com relação a razão sódio + potássio/ alumina ((N+K)/A), o que já era esperado em virtude das semelhanças apresentadas nas suas composições químicas.

**Tabela 4.4** - Razões alumina/ sílica (A/S) e óxidos de sódio + potássio/ alumina ((N+K)/A)

Amostras	A/S	(N+K)/A
M. Industrial	0,51	0,13
Argila Plástica	0,53	0,12
AP + 10Q	0,43	0,13
AP + 20Q	0,34	0,13
AP + 30Q	0,29	0,13

#### 4.2.2 Análises Térmicas ( DTA e TG) das Amostras antes da Queima

A Figura 4.2, apresenta as curvas de análise térmica diferencial (DTA) e da análise térmica gravimétrica (TG) da amostra argila plástica, as quais mostram as transformações que ocorrem com o aumento da temperatura.



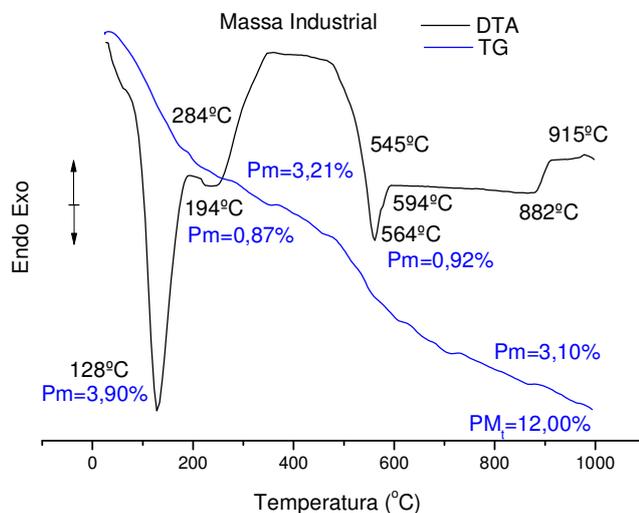
**Figura 4.2** - Curvas de DTA e TG da amostra argila plástica.

Analisando a curva termogravimétrica (TG) desta amostra, verifica-se que há uma perda de massa de 1,60% da temperatura ambiente ( $\sim 28^{\circ}\text{C}$ ) até  $200^{\circ}\text{C}$ , característica da água livre e adsorvida. Perda de massa de 3,98% entre  $200^{\circ}\text{C}$  e  $290^{\circ}\text{C}$ , característica da água coordenada. Perda de massa de 4,29% entre  $290^{\circ}\text{C}$  e  $548^{\circ}\text{C}$ , característica da combustão da matéria orgânica. Perda de massa de 1,07% entre  $548^{\circ}\text{C}$  e  $605^{\circ}\text{C}$ , característica da perda de hidroxilas e perda de massa de 8,56% entre  $605^{\circ}\text{C}$  e  $1000^{\circ}\text{C}$  de outras perdas não definidas, totalizando uma perda de massa total de 19,50%.

Analisando a curva térmica diferencial (DTA), verifica-se que há um grande pico endotérmico na temperatura de  $134^{\circ}\text{C}$ , característico da água livre e adsorvida. Banda exotérmica de  $290^{\circ}\text{C}$  até  $548^{\circ}\text{C}$ , característica da combustão da matéria orgânica. Pico endotérmico de  $567^{\circ}\text{C}$ , característico da presença de hidroxilas e pequena banda exotérmica de  $858^{\circ}\text{C}$  até  $1000^{\circ}\text{C}$ , característica provavelmente da nucleação da mulita.

A Figura 4.3, apresenta as curvas de análise térmica diferencial (DTA) e da análise térmica gravimétrica (TG) da amostra massa industrial, as quais mostram as transformações que ocorrem com o aumento da temperatura.

Analisando a curva termogravimétrica (TG) desta amostra, verifica-se que há uma perda de massa de 3,90% da temperatura ambiente ( $\sim 28^{\circ}\text{C}$ ) até  $194^{\circ}\text{C}$ , característica da água livre e adsorvida. Perda de massa de 0,87% entre  $194^{\circ}\text{C}$  e  $284^{\circ}\text{C}$ , característica da água coordenada. Perda de massa de 3,21% entre  $284^{\circ}\text{C}$  e  $545^{\circ}\text{C}$ , característica da combustão da matéria orgânica. Perda de massa de 0,92% entre  $545^{\circ}\text{C}$  e  $594^{\circ}\text{C}$ , característica da perda de hidroxilas e perda de massa de 3,10% entre  $594^{\circ}\text{C}$  e  $1000^{\circ}\text{C}$  de outras perdas não definidas, totalizando uma perda de massa total de 12,00%.



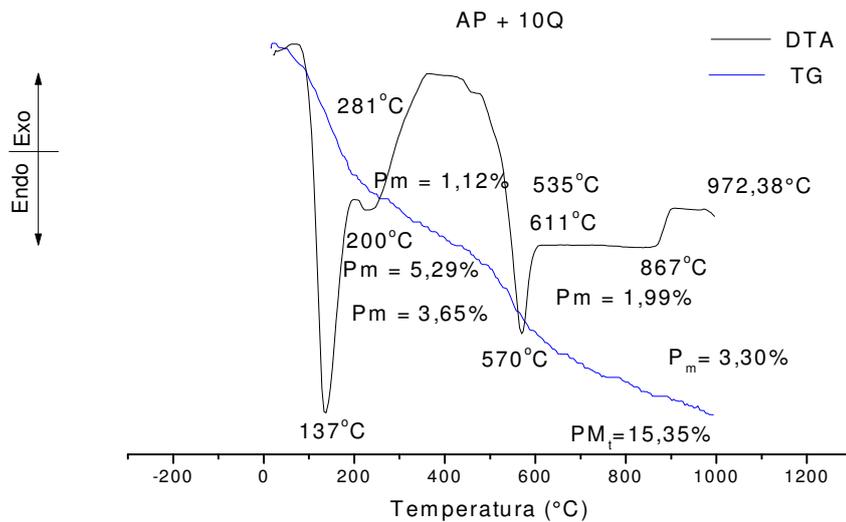
**Figura 4.3** - Curvas de DTA e TG da amostra massa industrial.

Analisando a curva térmica diferencial (DTA), verifica-se que há um grande pico endotérmico na temperatura de 128°C, característico da água livre e adsorvida. Banda exotérmica de 284°C até 545°C, característica da combustão da matéria orgânica. Pico endotérmico na temperatura de 564°C, característico da perda de hidroxilas e pequena banda exotérmica de 882°C até 1000°C, característica provavelmente da nucleação da mulita.

A Figura 4.4, apresenta as curvas de análise térmica diferencial (ATD) e da análise térmica gravimétrica (ATG) da amostra argila plástica + 10% quartzo (AP +10Q), as quais mostram as transformações que ocorrem com o aumento da temperatura.

Analisando a curva termogravimétrica (TG) desta amostra, verifica-se que há uma perda de massa de 5,29% da temperatura ambiente (~28°C) até 200°C, característica da água livre e adsorvida. Perda de massa de 1,12% entre 200°C e 281°C, característica da água coordenada. Perda de massa de 3,65% entre 281°C e 535°C, característica da combustão da matéria orgânica. Perda de massa de 1,99% entre e 535°C e 611°C, característica da perda de hidroxilas e perda de massa de

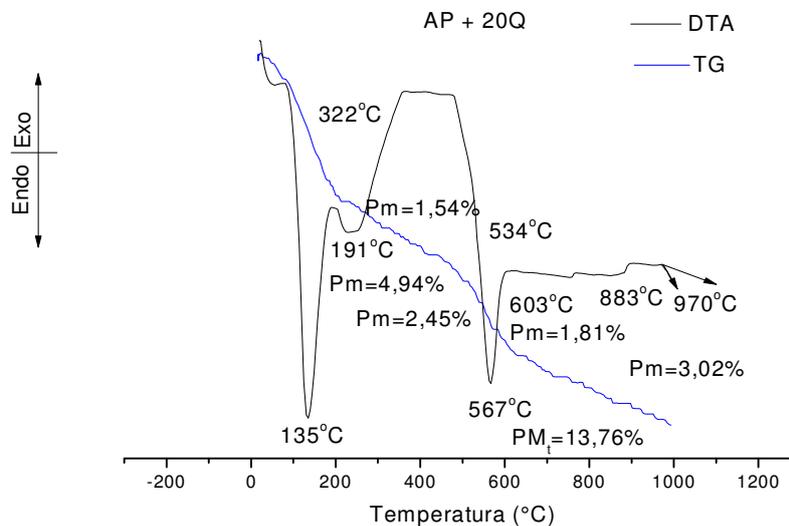
3,30% entre 611°C e 1000°C de outras perdas não definidas, totalizando uma perda de massa total de 15,35%.



**Figura 4.4** - Curvas de DTA e TG da amostra AP + 10Q.

Analisando a curva térmica diferencial (DTA), verifica-se que há um grande pico endotérmico na temperatura de 137°C, característico da água livre e adsorvida. Banda exotérmica de 281°C até 535°C, característica da combustão da matéria orgânica. Pico endotérmico na temperatura de 570°C, característico da perda de hidroxilas e pequena banda exotérmica de 867°C até 1000°C, característica provavelmente da nucleação da mulita.

A Figura 4.5, apresenta as curvas de análise térmica diferencial (DTA) e da análise térmica gravimétrica (TG) da amostra argila plástica + 20% quartzo (AP +20Q), as quais mostram as transformações que ocorrem com o aumento da temperatura.

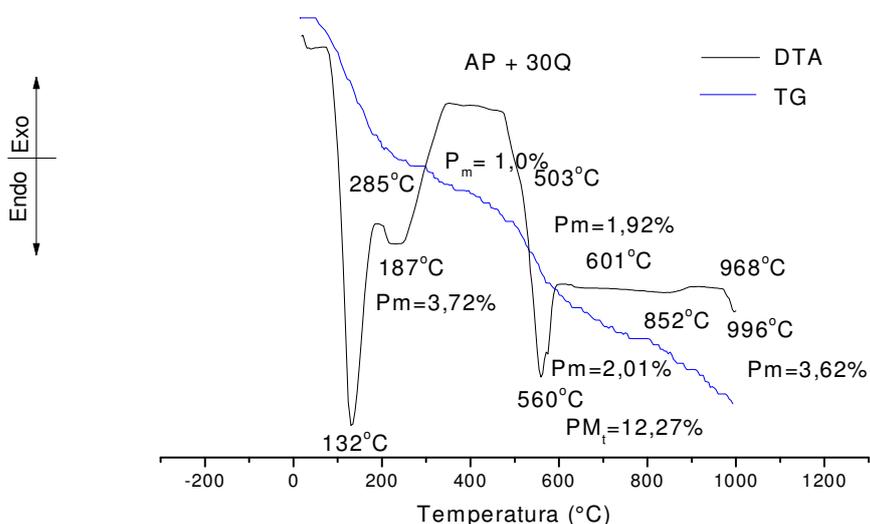


**Figura 4.5** - Curvas de DTA e TG da amostra AP + 20Q.

Analisando a curva termogravimétrica (TG) desta amostra, verifica-se que há uma perda de massa de 4,94% da temperatura ambiente ( $\sim 28^{\circ}\text{C}$ ) até  $191^{\circ}\text{C}$ , característica da água livre e adsorvida. Perda de massa de 1,54% entre  $191^{\circ}\text{C}$  e  $322^{\circ}\text{C}$ , característica da água coordenada. Perda de massa de 2,45% entre  $322^{\circ}\text{C}$  e  $534^{\circ}\text{C}$ , característica da combustão da matéria orgânica. Perda de massa de 1,81% entre  $534^{\circ}\text{C}$  e  $603^{\circ}\text{C}$ , característica da perda de hidroxilas e perda de massa de 3,02% entre  $603^{\circ}\text{C}$  e  $1000^{\circ}\text{C}$  de outras perdas não definidas, totalizando uma perda de massa total de 13,76%.

Analisando a curva térmica diferencial (DTA), verifica-se que há um grande pico endotérmico na temperatura de  $135^{\circ}\text{C}$ , característico da água livre e adsorvida. Banda exotérmica de  $322^{\circ}\text{C}$  até  $534^{\circ}\text{C}$ , característica da combustão da matéria orgânica. Pico endotérmico na temperatura de  $567^{\circ}\text{C}$ , característico da perda de hidroxilas e pequena banda exotérmica de  $883^{\circ}\text{C}$  até  $1000^{\circ}\text{C}$ , característica provavelmente da nucleação da mulita.

A Figura 4.6, apresenta as curvas de análise térmica diferencial (DTA) e da análise térmica gravimétrica (TG) da amostra argila plástica + 30% quartzo (AP +30Q), as quais mostram as transformações que ocorrem com o aumento da temperatura.



**Figura 4.6** - Curvas de DTA e TG da amostra AP + 30Q.

Analisando a curva termogravimétrica (TG) desta amostra, verifica-se que há uma perda de massa de 3,72% da temperatura ambiente (~28°C) até 187°C, característica da água livre e adsorvida. Perda de massa de 1,0% entre 187°C e 285°C, característica da água coordenada. Perda de massa de 1,92% entre 285°C e 503°C, característica da combustão da matéria orgânica. Perda de massa de 2,01% entre 503°C e 601°C, característica da perda de hidroxilas e perda de massa de 3,62% entre 601°C e 1000°C de outras perdas não definidas, totalizando uma perda de massa total de 12,27%.

Analisando a curva térmica diferencial (DTA), verifica-se que há um grande pico endotérmico na temperatura de 132°C, característico da água livre e adsorvida. Banda exotérmica de 285°C até 503°C, característica da combustão da matéria

orgânica. Pico endotérmico na temperatura de 560°C, característico da perda de hidroxilas e pequena banda exotérmica de 852°C até 1000°C, característica provavelmente da nucleação da mulita.

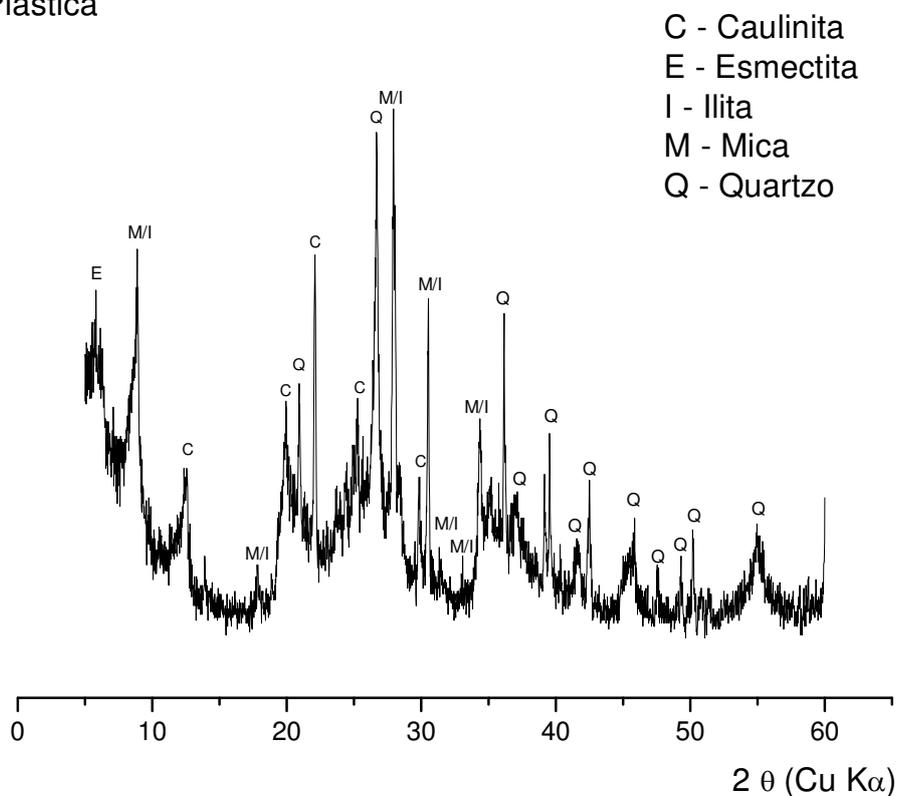
Em uma análise conjunta das características das curvas de análises térmicas das amostras, observa-se que não há registro de picos referente ao alto teor de MgO encontrado na análise química. Tal fenômeno pode ser explicado em virtude do material usado nos ensaios termodiferenciais ter sido passado em peneira ABNT NBR 200 (0,074 mm), o que provavelmente reteve os minerais que contém o MgO e que não foram identificados nos termogramas. Este fenômeno estar de acordo com estudos realizados por Macedo (2005). Os resultados estão de acordo com os termogramas apresentados para as massas vermelhas utilizadas em confecção de blocos cerâmicos, segundo Vieira, Holanda e Pinatti (2000) e Campos (2002).

### **4.2.3 Difração de Raios X (DRX) antes da Queima**

A Figura 4.7 ilustra o difratograma de raios X da amostra argila plástica, apresentando as curvas das difrações de raios X antes da queima.

Analisando os resultados da Figura 4.7, verifica-se que o difratograma registra a presença de: argilomineral esmectítico, caracterizado pela distância interplanar de 15,40Å; caulinita, caracterizada pelas distâncias interplanares de 7,18, 4,44, 4,03, e 3,52Å; mica/ilita caracterizadas por 9,95, 4,98, 3,19, 3,00, 2,93, 2,86, 2,72 e 2,61Å; e de quartzo, caracterizado por 4,26, 3,34, 2,45, 2,28, 2,23, 2,13, 1,98, 1,81, 1,80 e 1,67 Å

## Argila Plástica



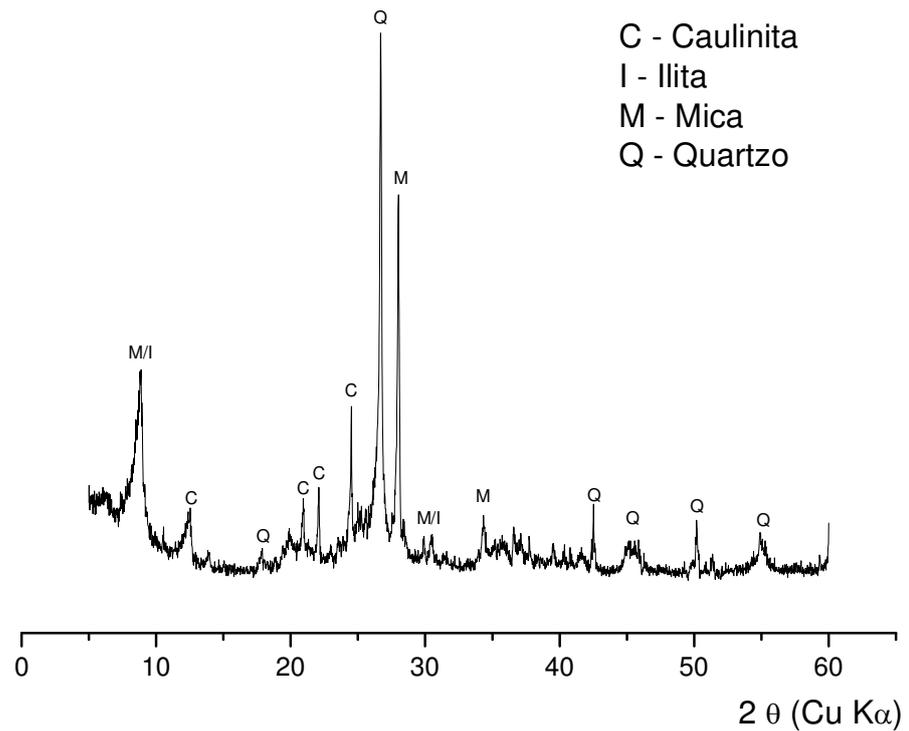
**Figura 4.7** - Difratoograma de raios X da amostra argila plástica.

A Figura 4.8 ilustra o difratograma de raios X da amostra massa industrial, apresentando as curvas das difrações de raios X antes da queima.

Analisando os resultados da Figura 4.8, verifica-se que o difratograma registra a presença de: caulinita, caracterizada pelas distâncias interplanares de 7,18, 4,44, 4,03, e 3,52Å; mica/ilita caracterizadas por 9,95, 4,98, 3,19, 3,00, 2,93, 2,86, 2,72 e 2,61Å; e de quartzo, caracterizado por 4,26, 3,34, 2,45, 2,28, 2,23, 2,13, 1,98, 1,81, 1,80 e 1,67 Å

A partir dos difratogramas das amostras analisadas, pode-se observar que a caulinita, mica, ilita e o quartzo são os principais minerais acessórios presentes nestas amostras. Os picos de maior intensidade do quartzo indicam maior presença de sílica livre o que está de acordo com estudos já obtidos na literatura com massas industriais da Paraíba, realizados por Campos (2002) e Macedo (2005).

### Massa Industrial

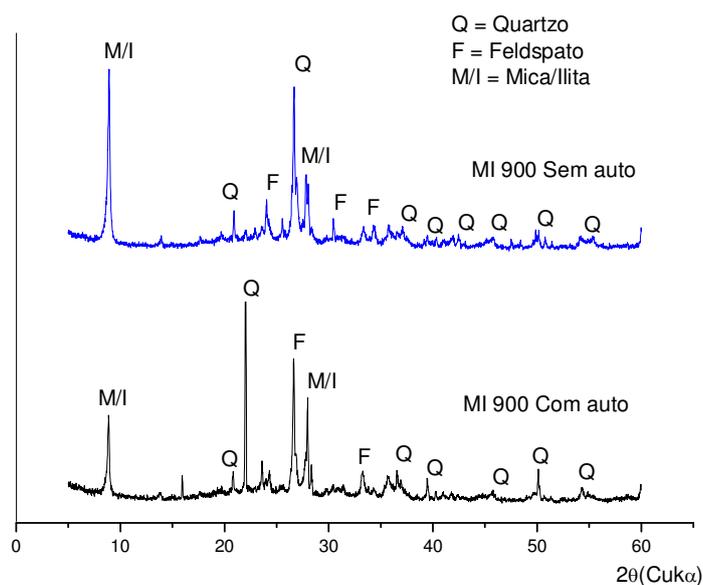


**Figura 4.8** - Difratoograma de raios X da amostra massa industrial

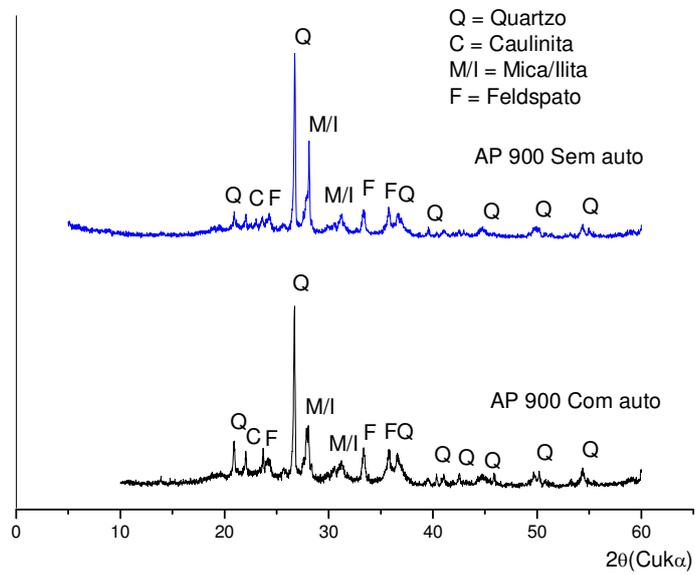
Observa-se que não há registros de picos referentes ao alto valor do  $\text{MgO}$ , detectado nas amostras, na análise química. Como mencionado na análise térmica, as amostras preparadas para o raio X também foram passadas na peneira ABNT NBR 200 (0,074 mm), o que pode ter mascarado alguns minerais associados ao óxido de magnésio.

### 4.2.3.1 Difratogramas das Amostras Autoclavadas e Não-autoclavadas obtidos após Queima a 900°C

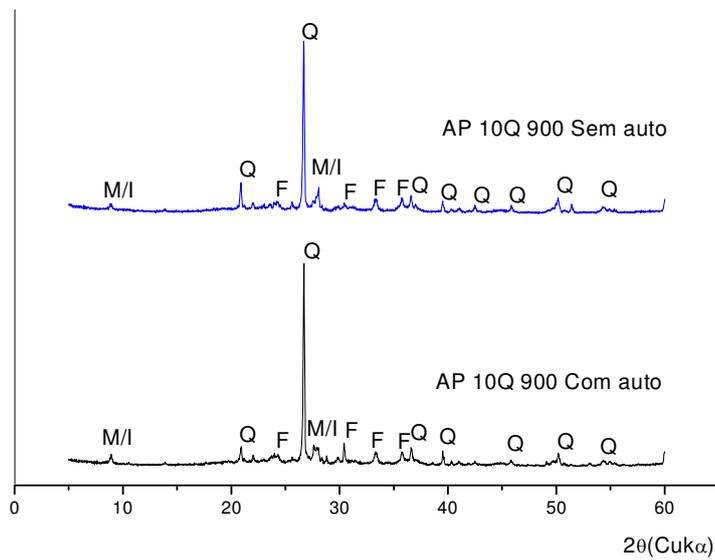
As Figuras 4.9 a 4.13 mostram os difratogramas das amostras analisadas com e sem tratamento em autoclave após queima na temperatura de 900°C. A escolha desta temperatura se deu em virtude da mesma ser a temperatura de queima na maioria das indústrias de cerâmica vermelha.



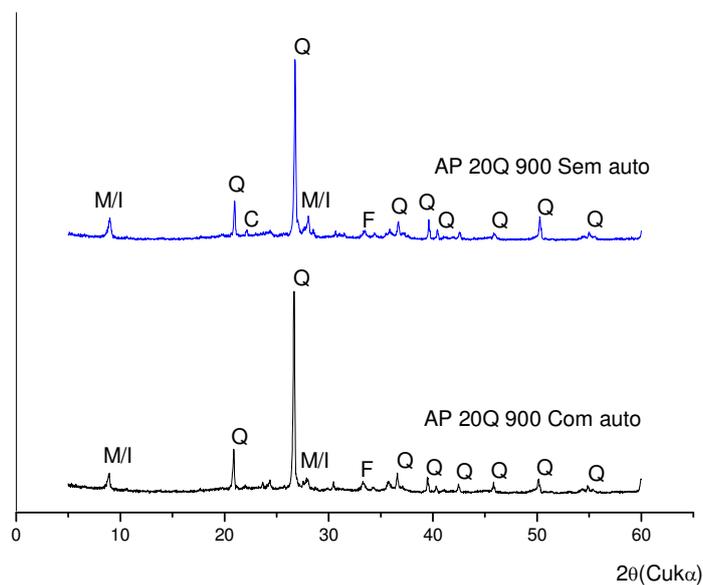
**Figura 4.9** - Difratogramas de raios X da amostra massa industrial.



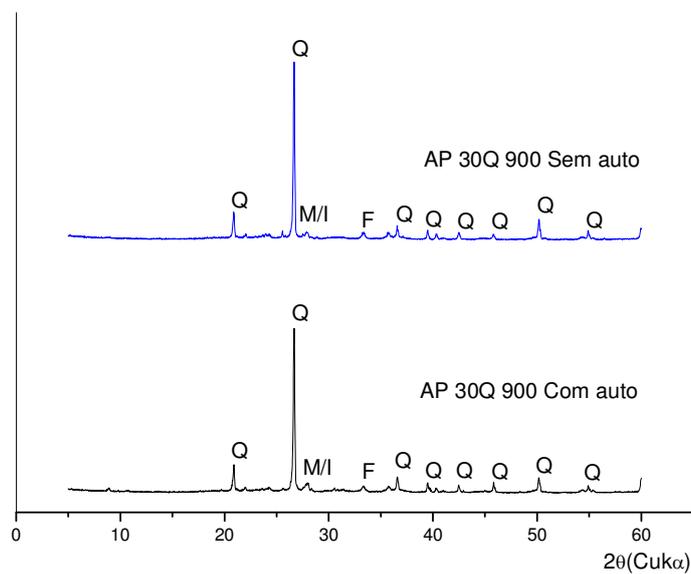
**Figura 4.10** - Difratomogramas de raios X da amostra argila plástica.



**Figura 4.11** - Difratomogramas de raios X da amostra AP + 10 Q.



**Figura 4.12** - Difratomogramas de raios X da amostra AP + 20 Q.



**Figura 4.13** - Difratomogramas de raios X da amostra AP + 30 Q.

De acordo com os difratogramas das amostras analisadas pós-queima a 900°C, pode-se observar que, a priori, não ocorreram modificações relevantes na estrutura cristalina quando comparadas com as massas cruas e que a autoclavagem não propiciou o desenvolvimento de novas fases cristalinas.

### 4.3 Ensaio para Determinação das Propriedades Físico-mecânicas

Na Tabela 4.5, a seguir, estão apresentados os valores das propriedades físico-mecânicas, para corpos-de-prova queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C, sem autoclavagem.

**Tabela 4.5** - Propriedades físico-mecânicas dos CP sem autoclavagem.

<b>Amostras</b>	<b>TQ (°C)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>PA (%)</b>	<b>MEA (%)</b>	<b>Trf (MPa)</b>
Massa Ind.	850	12,51±0,50	23,85±0,75	1,91±0,02	20,96±2,63
	900	12,10±0,24	23,30±0,46	1,92±0,01	22,09±2,67
	950	6,28±0,81	13,13±1,45	2,09±0,04	19,34±2,12
A. Plástica	850	9,20±1,24	17,88±2,19	1,95±0,03	27,35±2,59
	900	5,69±0,21	11,68±0,39	2,05±0,02	21,96±2,53
	950	6,18±0,61	12,43±1,31	2,01±0,04	28,89±1,55
AP + 10Q	850	11,97±0,32	23,53±0,55	1,97±0,02	27,37±1,75
	900	10,10±0,47	20,20±0,84	2,00±0,01	25,12±2,02
	950	9,09±0,76	18,21±1,39	2,00±0,02	26,98±2,07
AP + 20Q	850	12,87±0,69	24,96±1,22	1,94±0,01	23,33±2,46
	900	11,22±0,47	21,97±0,88	1,96±0,01	26,70±1,79
	950	9,98±1,18	20,04±2,09	2,01±0,03	24,75±1,35
AP + 30Q	850	12,26±0,29	23,25±0,51	1,90±0,01	20,48±0,96
	900	12,27±0,30	23,67±0,53	1,93±0,01	18,16±0,63
	950	12,32±0,29	23,70±0,53	1,92±0,01	17,37±1,01

CP - Corpos de prova.

Analisando os dados com relação à amostra de massa industrial, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 6,28% (à 950°C) a 12,51% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção (Barzaghi e Salge, 1982) (in Souza Santos 1992). Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 13,13% (à 950°C) a 23,85% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade (Macedo, 2005). Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,91 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,09 g/cm<sup>3</sup> (à 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica (Macedo, 2005). Já para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 19,34 MPa (à 950°C) a 22,09 MPa (na

temperatura de 900°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa (Barzaghi e Salge, 1982) (in Souza Santos 1992).

Analisando os dados com relação à amostra de argila plástica, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 5,69% (à 900°C) a 9,20% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção (Barzaghi e Salge, 1982) (in Souza Santos 1992). Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 11,68% (à 900°C) a 17,88% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade (Macedo, 2005). Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,95 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,05 g/cm<sup>3</sup> (à 900°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica (Macedo, 2005). Já para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 21,96 MPa (à 900°C) a 28,89 MPa (na temperatura de 950°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa (Barzaghi e Salge, 1982) (in Souza Santos 1992).

Os resultados das amostras de argila plástica com incorporação de 10% de quartzo, foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 9,09% (à 950°C) a 11,97% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 18,21% (à 950°C) a 23,53% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,97 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,00 g/cm<sup>3</sup> (nas temperaturas de 900 e 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica.

Já para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 25,12 MPa (à 900°C) a 27,37 MPa (na temperatura de 850°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Os resultados das amostras de argila plástica com incorporação de 20% de quartzo, foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 9,98% (à 950°C) a 12,87% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 20,04% (à 950°C) a 24,96% (na temperatura de 850°C), para um valor

máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,94 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,01 g/cm<sup>3</sup> (na temperatura de 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Já para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 23,33 MPa (à 850°C) a 26,70 MPa (na temperatura de 900°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Analisando os dados com relação à amostra de argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 12,26% (à 850°C) a 12,32% (na temperatura de 950°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção (Barzaghi e Salge, 1982). Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 23,25% (à 850°C) a 23,70% (na temperatura de 950°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade (Macedo, 2005). Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,90 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 1,93 g/cm<sup>3</sup> (à 900°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica (Macedo, 2005). Já para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 17,37 MPa (à 950°C) a 20,48 MPa (na temperatura de 850°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa (Barzaghi e Salge, 1982) (in Souza Santos, 1992).

Comparando os resultados das propriedades físico-mecânicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão determinada pelo método dos três pontos, dos corpos de prova queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C, com os de argila industriais brasileiras incluídas dentro da faixa de valores recomendados por Barzaghi & Salge (1982) (in Souza Santos, 1992), para corpos de prova queimados a 950°C, é possível enquadrar as amostras estudadas no grupo de cerâmica vermelha, uma vez que atendem as recomendações para que uma massa cerâmica possa ser utilizada na fabricação de blocos cerâmicos por extrusão. Na Tabela 4.6, estão apresentados os valores numéricos das propriedades físico-mecânicas, para corpos-de-prova sinterizados nas temperaturas de 850, 900 e 950°C, após autoclavagem.

**Tabela 4.6** - Propriedades físico-mecânicas dos CP com autoclavagem

<b>Amostras</b>	<b>TQ (°C)</b>	<b>AA (%)</b>	<b>PA (%)</b>	<b>MEA (%)</b>	<b>Trf (MPa)</b>
Massa Ind.	850	13,01±0,83	24,86±1,29	1,91±0,02	22,51±2,75
	900	11,98±0,51	23,23±0,95	1,94±0,01	22,60±1,92
	950	9,50±1,01	19,75±1,87	2,08±0,04	21,25±2,48
A. Plástica	850	9,57±0,53	18,71±0,87	1,96±0,02	26,11±2,03
	900	7,83±0,45	15,87±0,78	2,03±0,03	19,00±1,48
	950	8,29±0,52	16,58±0,82	2,00±0,03	22,45±0,96
AP + 10Q	850	12,19±0,47	23,91±0,86	1,96±0,01	29,74±2,17
	900	10,31±0,35	20,61±0,64	2,00±0,01	26,37±1,35
	950	9,48±0,40	19,09±0,69	2,01±0,02	26,65±1,95
AP + 20Q	850	14,14±0,68	27,42±1,28	1,94±0,01	26,08±1,93
	900	12,49±0,90	24,49±1,70	1,96±0,01	29,69±1,39
	950	11,12±0,43	22,42±0,85	2,02±0,02	26,05±2,41
AP + 30Q	850	12,74±0,42	24,20±0,75	1,90±0,01	18,59±1,71
	900	13,13±0,50	25,18±0,83	1,92±0,01	17,92±0,90
	950	13,07±0,84	25,05±1,35	1,92±0,02	18,28±1,17

CP - Corpos de prova.

Analisando os dados com relação à amostra de massa industrial, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 9,50% (à 950°C) a 13,01% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 19,75% (à 950°C) a 24,86% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,91 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,08 g/cm<sup>3</sup> (à 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 21,25 MPa (à 950°C) a 22,60 MPa (na temperatura de 900°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Os resultados dos ensaios cerâmicos das amostras de argila plástica, foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 7,83% (à 900°C) a 9,57% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 15,87% (à 900°C) a 18,71% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,96

g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,03g/cm<sup>3</sup> (na temperatura de 900°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 19,00 MPa (à 900°C) a 26,11 MPa (na temperatura de 850°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Para argila plástica com incorporação de 10% de quartzo, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 9,48% (à 950°C) a 12,19% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 19,09% (à 950°C) a 23,91% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,96 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,01 g/cm<sup>3</sup> (à 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 26,37 MPa (à 900°C) a 29,74 MPa (na temperatura de 850°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Para argila plástica com incorporação de 20% de quartzo, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 11,12% na temperatura de 950°C a 14,14% (na temperatura de 850°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente registrou-se uma variação de 22,42% (à 950°C) a 27,42% (na temperatura de 850°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,94 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 2,02 g/cm<sup>3</sup> (à 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 26,05 MPa (à 950°C) a 29,69 MPa (na temperatura de 900°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Para argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, os resultados foram os seguintes: para a absorção de água os valores variaram de 12,74% (à

850°C) a 13,13% (na temperatura de 900°C), tomado como referência o valor máximo de 25% de absorção. Para a porosidade aparente, registrou-se uma variação de 24,20% (à 850°C) a 25,18% (na temperatura de 900°C), para um valor máximo de referência de 35% de porosidade. Para a massa específica aparente os valores variaram de 1,90 g/cm<sup>3</sup> (à 850°C) a 1,92 g/cm<sup>3</sup> (à 900 e 950°C), tomado como valor mínimo de referência 1,70 g/cm<sup>3</sup> de massa específica. Para a tensão de ruptura à flexão, os valores variaram de 17,92 MPa (à 900°C) a 18,59 MPa (na temperatura de 850°C), para um valor mínimo de referência de 6,0 MPa.

Comparando os resultados das propriedades físico-mecânicas de absorção de água, porosidade aparente, massa específica aparente e tensão de ruptura à flexão, dos corpos de prova queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C, com os de argila industriais brasileiras incluídas dentro da faixa de valores recomendados por Barzaghi & Salge (1982) (in Souza Santos, 1992), para corpos de prova queimados a 950°C, é possível, também, enquadrar as amostras em estudo no grupo de cerâmica vermelha, uma vez que atendem as recomendações para que uma massa cerâmica possa ser utilizada na fabricação de blocos cerâmicos por extrusão.

Comparando os resultados das propriedades físico-mecânicas de absorção de água e porosidade aparente dos corpos de prova queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C sem autoclavagem com os resultados dos corpos de prova autoclavados, observa-se que, de um modo geral, houve um acréscimo nos valores com a autoclavagem. O que já se esperava uma vez que, com a autoclavagem a fase vítrea é corroída pela água, aumentando a energia superficial da fase vítrea e abrindo poros antes fechados.

Observa-se que para todas as amostras, tanto sem tratamento em autoclave como com o tratamento, manteve-se uma relação coerente entre os valores crescentes da massa específica aparente com às reduções nos valores de absorção

de água e da porosidade aparente, à medida que aumentou-se a temperatura de queima. Este comportamento também foi observado por Campos (2002) e Macedo (2005).

Ainda, de acordo com os resultados mostrados nas Tabelas 4.5 e 4.6, pode-se observar que às adições do quartzo, em diferentes teores, proporcionaram uma tendência de acréscimo nos valores das propriedades de absorção de água e porosidade aparente. Este comportamento é justificado pelo fato de que com a adição de quartzo ocorre mudanças na estrutura dos poros dos corpos-de-prova, no sentido de aumentar o volume total de poros, deixando os mesmos propensos à acessibilidade da água e por conseguinte aumentando a absorção de água e consequentemente a porosidade aparente.

#### **4.3.1 Representação Gráfica Simultânea da Absorção de Água (AA), Retração Linear (RL) com a Temperatura de Queima. (Curva de Gresificação)**

As Tabelas 4.7 e 4.8 apresentam os resultados obtidos para absorção de água (AA) e retração linear de queima (RL) em função da temperatura de queima (TQ) das amostras estudadas sem e com o tratamento em autoclave.

**Tabela 4.7** - Absorção de água e retração linear em função da temperatura de queima das amostras sem autoclavagem.

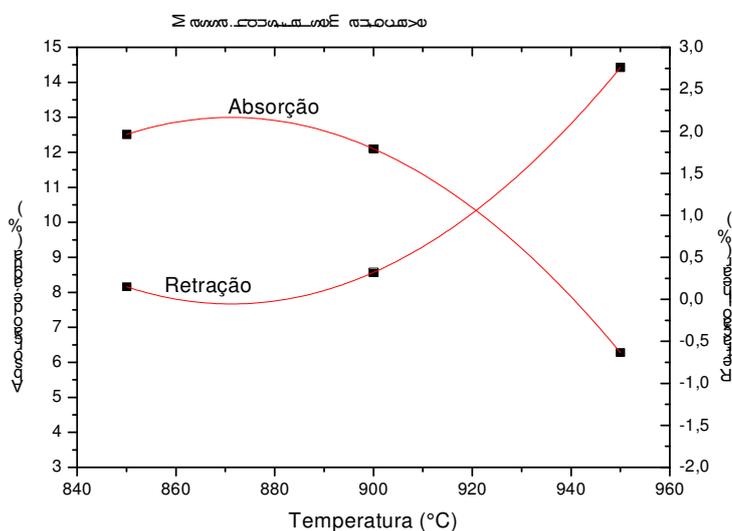
<b>Amostras</b>	<b>TQ (°C)</b>	<b>Absorção de água (AA) (%)</b>	<b>Retração linear (RL) (%)</b>
<b>Massa Industrial</b>	<b>850</b>	12,5±0,50	0,15±0,08
	<b>900</b>	12,1±0,24	0,32±0,10
	<b>950</b>	6,28±0,81	2,76±0,60
<b>Argila Plástica</b>	<b>850</b>	9,20±1,24	0,58±0,07
	<b>900</b>	5,69±0,21	2,15±0,16
	<b>950</b>	6,18±0,61	1,95±0,30
<b>AP + 10Q</b>	<b>850</b>	11,9±0,32	0,54±0,19
	<b>900</b>	10,1±0,47	1,19±0,24
	<b>950</b>	9,09±0,76	1,41±0,39
<b>AP + 20Q</b>	<b>850</b>	12,8±0,69	0,15±0,05
	<b>900</b>	11,2±0,47	0,60±0,27
	<b>950</b>	9,98±1,18	1,51±0,46
<b>AP + 30Q</b>	<b>850</b>	12,2±0,29	0,13±0,09
	<b>900</b>	12,2±0,30	0,95±0,22
	<b>950</b>	12,3±0,29	1,00±0,22

**Tabela 4.8** - Absorção de água e retração linear em função da temperatura de queima das amostras com autoclavagem.

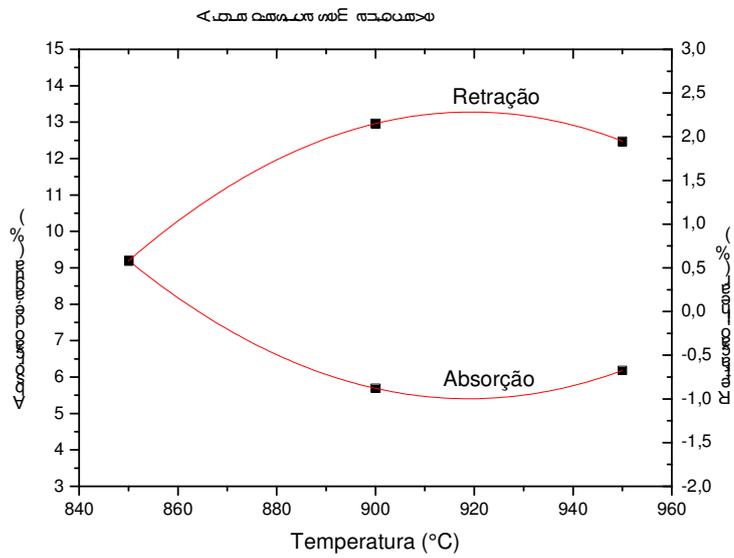
<b>Amostras</b>	<b>TQ (°C)</b>	<b>Absorção de água (AA) (%)</b>	<b>Retração linear (RL) (%)</b>
<b>Massa Industrial</b>	<b>850</b>	13,0±0,83	0,13±0,10
	<b>900</b>	11,9±0,51	0,57±0,35
	<b>950</b>	9,50±1,01	2,82±0,36
<b>Argila Plástica</b>	<b>850</b>	9,57±0,53	0,60±0,09
	<b>900</b>	7,83±0,45	2,15±0,22
	<b>950</b>	8,29±0,52	1,77±0,39
<b>AP + 10Q</b>	<b>850</b>	12,1±0,47	0,55±0,13
	<b>900</b>	10,3±0,35	1,46±0,23
	<b>950</b>	9,48±0,40	1,56±0,30
<b>AP + 20Q</b>	<b>850</b>	14,1±0,68	0,11±0,06
	<b>900</b>	12,4±0,90	0,56±0,17
	<b>950</b>	11,1±0,43	1,57±0,32
<b>AP + 30Q</b>	<b>850</b>	12,7±0,42	0,15±0,13
	<b>900</b>	13,1±0,50	0,64±0,36
	<b>950</b>	13,0±0,84	0,96±0,24

As Figuras 4.14 a 4.23 apresentam as curvas de gresificação das amostras analisadas, sem e com o tratamento em autoclave (5h a 0,7 MPa), com a finalidade de avaliar o comportamento destas amostras durante o processo de queima nas temperaturas indicadas. A curva de gresificação é a representação gráfica simultânea das variações da absorção de água (AA) e retração linear (RL) da peça com a temperatura de queima.

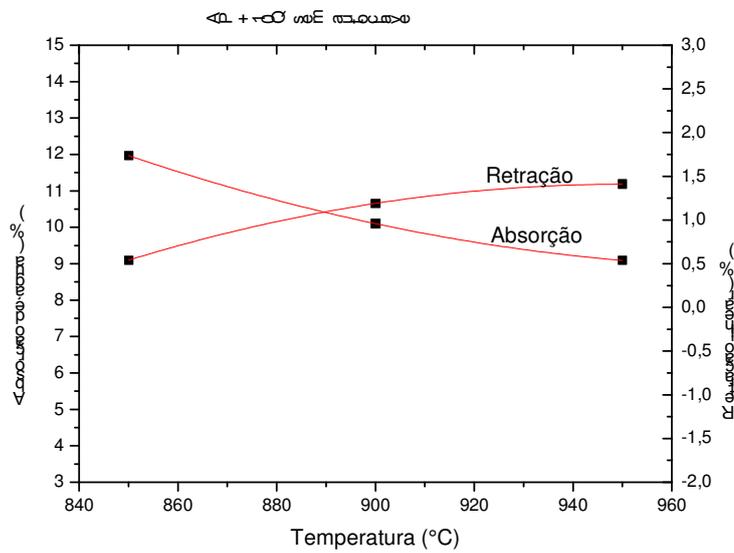
A retração linear ocorre devido a uma densificação do material em decorrência do coalescimento das partículas e formação de fase líquida na sinterização. A fase líquida diminui a viscosidade à medida que aumenta a temperatura, preenchendo os vazios entre as partículas, permitindo uma diminuição da porosidade e uma maior densificação da peça. Corpos menos porosos apresentam maior retração linear, mas uma menor absorção de água, por diminuir a sua porosidade aberta.



**Figura 4.14** - Curvas de gresificação da amostra massa industrial sem autoclave.



**Figura 4.15** - Curvas de gresificação da amostra argila plástica sem autoclave.



**Figura 4.16** - Curvas de gresificação da amostra AP + 10Q sem autoclave.

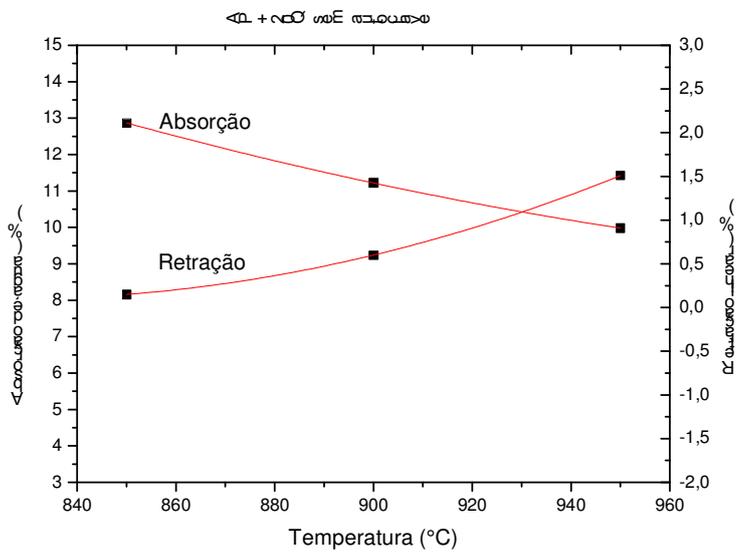


Figura 4.17 - Curvas de gresificação da amostra AP + 20Q sem autoclave.

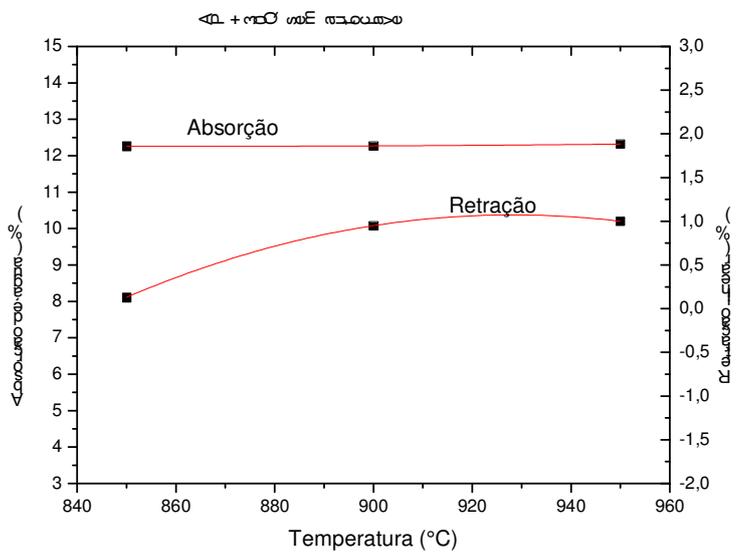
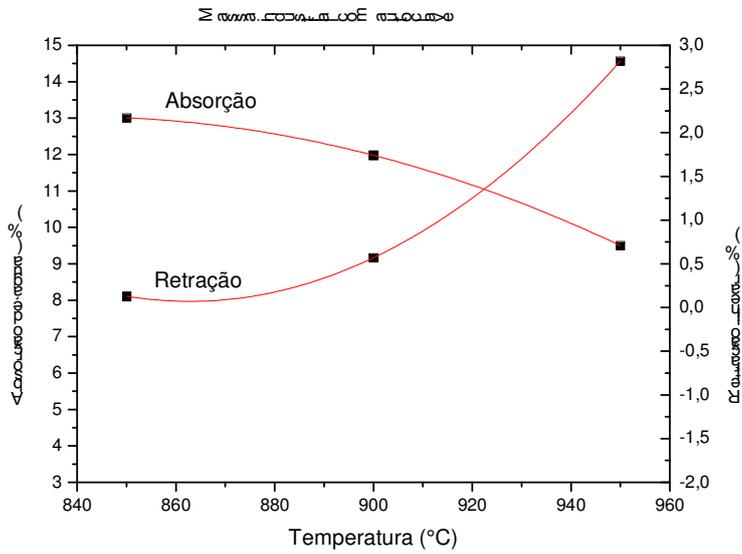
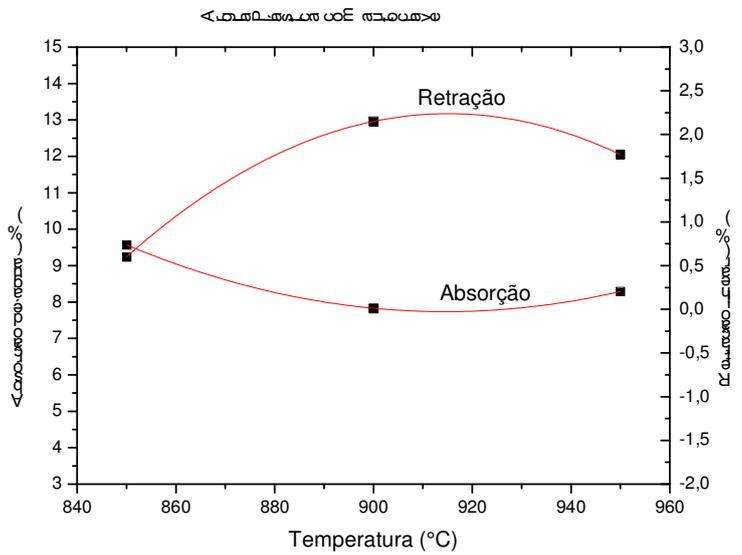


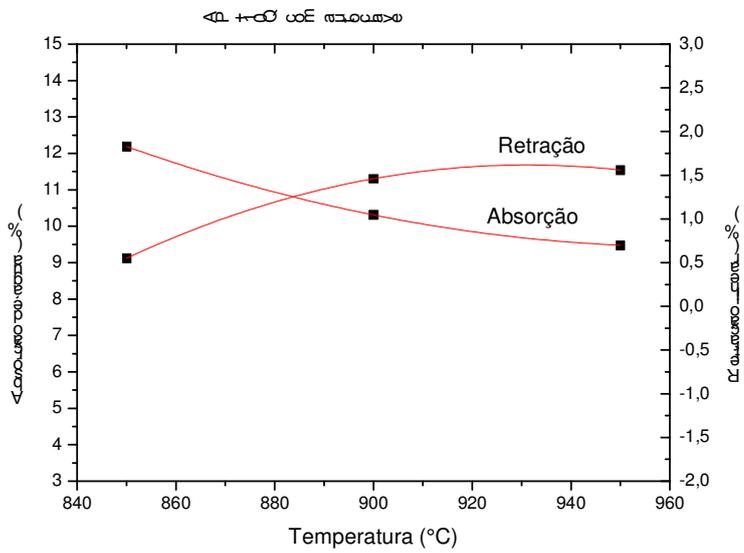
Figura 4.18 - Curvas de gresificação da amostra AP + 30Q sem autoclave.



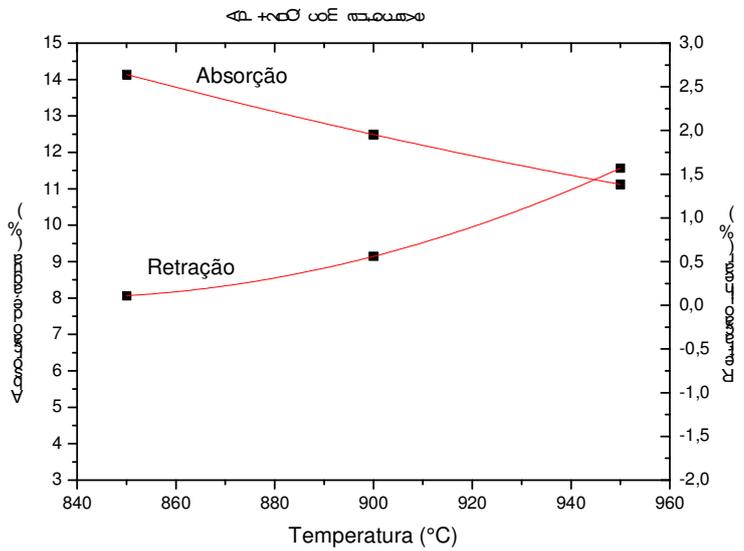
**Figura 4.19** - Curvas de gresificação da amostra massa industrial com autoclave.



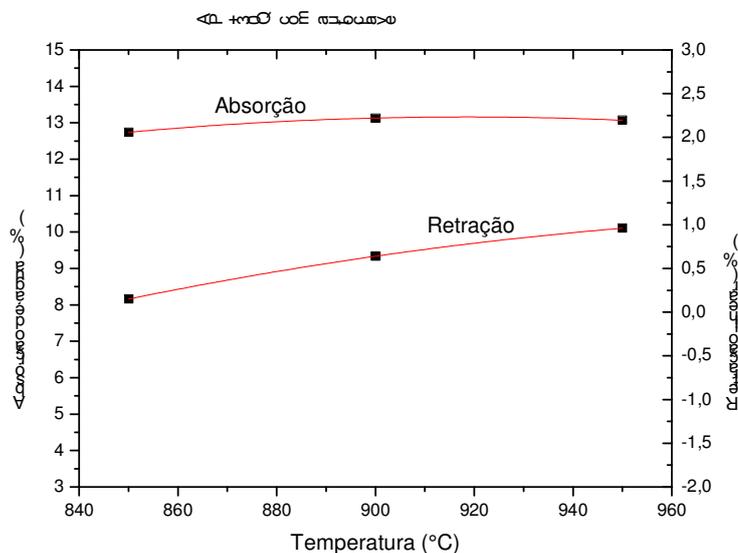
**Figura 4.20** - Curvas de gresificação da amostra argila plástica com autoclave.



**Figura 4.21** - Curvas de gresificação da amostra AP + 10Q com autoclave.



**Figura 4.22** - Curvas de gresificação da amostra AP + 20Q com autoclave.



**Figura 4.23** - Curvas de gresificação da amostra AP + 30Q com autoclave.

Dois das principais variações sofridas pelo corpo cerâmico durante a queima são a diminuição da porosidade, que pode ser caracterizada pela absorção de água (AA) e a retração, que é geralmente caracterizada através da retração linear (RL). Portanto, pode-se usar essas variáveis como parâmetros para avaliar o comportamento de uma determinada massa cerâmica durante a queima (Boschi, et al; 1996).

Através das Figuras 4.14 a 4.17 e 4.19 a 4.22, observa-se, para todas as amostras, um aumento da retração linear e uma diminuição da absorção de água para um respectivo aumento da temperatura de queima. Esses resultados apontam uma diminuição da porosidade dos corpos-de-prova para queima a temperaturas mais elevadas.

Nas Figuras 4.18 e 4.23 (para a amostra argila plástica + 30% quartzo, sem e com autoclavagem, respectivamente), observa-se, através de uma menor inclinação da curva na sua parte final, que os corpos-de-prova apresentaram um menor aumento da retração linear e ao mesmo tempo a absorção de água permaneceu praticamente constante com o aumento da temperatura de queima, indicando que provavelmente ocorreu formação de fase líquida. Isto influenciou nos resultados da resistência mecânica e da EPU, uma vez que a fase líquida formada

na sinterização é responsável pela presença de fase vítrea na constituição final do corpo-de-prova, que contribuirá para uma maior EPU e uma menor resistência mecânica.

É importante salientar que, se a composição da massa, as condições de processamento e/ou a temperatura do forno variarem, os resultados apresentados, pelas curvas de gresificação das amostras analisadas, poderão ser bastante diferentes.

#### **4.4 Ensaio de EPU**

A expansão por umidade (EPU) dos corpos-de-prova, com e sem autoclavagem, foi determinada através do uso do dilatômetro. A seguir será feita a exposição dos dados obtidos por este método.

##### **4.4.1 Resultados da EPU**

Na Tabela 4.9, estão apresentados os resultados da expansão por umidade (EPU), sem autoclavagem, obtidos por dilatométrica para os corpos-de-prova moldados em laboratório e queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C.

Observa-se que os valores de EPU (%) determinados por dilatométrica e sem autoclavagem, apresentados na Tabela 4.9, foram os seguintes: Para a massa industrial, os valores variaram de 0,028% (à 850°C) a 0,039% (na temperatura de 900°C). Para a argila plástica, os valores foram de 0,018% (à 950°C) a 0,034% (à 900°C). Com relação a argila plástica com adição de 10% de quartzo, os valores de EPU variaram de 0,015% (à 850°C) a 0,039% (à 900°C). Para a argila plástica com adição de 20% de quartzo, os valores foram de 0,013% (à 850°C) a 0,031% (à 900°C) e para argila plástica com adição de 30% de quartzo, os valores variaram de 0,035% (à 850°C) a 0,056% (na temperatura de 900°C).

**Tabela 4.9** - EPU (%) das amostras, determinada por dilatométria sem autoclavagem.

Amostras	Temperatura de queima (°C)	EPU (%)
Massa industrial	850	0,028
	900	0,039
	950	0,034
Argila plástica	850	0,024
	900	0,034
	950	0,018
Argila plástica +10% quartzo	850	0,015
	900	0,039
	950	0,022
Argila plástica +20% quartzo	850	0,013
	900	0,031
	950	0,024
Argila plástica +30% quartzo	850	0,035
	900	0,056
	950	0,045

Comparando os resultados de EPU da Tabela 4.9 com o valor limite de EPU de 0,3 mm/m (0,030%), proposto pela especificação AS 1226.5 (1984) para blocos cerâmicos, observa-se que os valores de EPU, para massa industrial nas temperaturas de 900°C e 950°C, para argila plástica na temperatura de 900°C, para a argila plástica com incorporação de 10% e 20% de quartzo na temperatura de 900°C e para a argila plástica com incorporação de 30% de quartzo nas três temperaturas, apresentam valores superiores ao limite proposto pela referida especificação (0,030%). Nos demais casos, os valores estão abaixo deste limite.

Na Tabela 4.10, estão apresentados os resultados da expansão por umidade (EPU), com autoclavagem, obtidos por dilatométrica para os corpos-de-prova moldados em laboratório e queimados nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C.

**Tabela 4.10** - EPU (%) das amostras em estudo, por dilatométrica com autoclavagem.

Amostras	Temperatura de queima (°C)	EPU (%)
Massa industrial	850	0,102
	900	0,179
	950	0,174
Argila Plástica	850	0,133
	900	0,181
	950	0,176
Argila plástica +10% quartzo	850	0,125
	900	0,184
	950	0,180
Argila plástica +20% quartzo	850	0,110
	900	0,178
	950	0,174
Argila plástica +30% quartzo	850	0,128
	900	0,188
	950	0,171

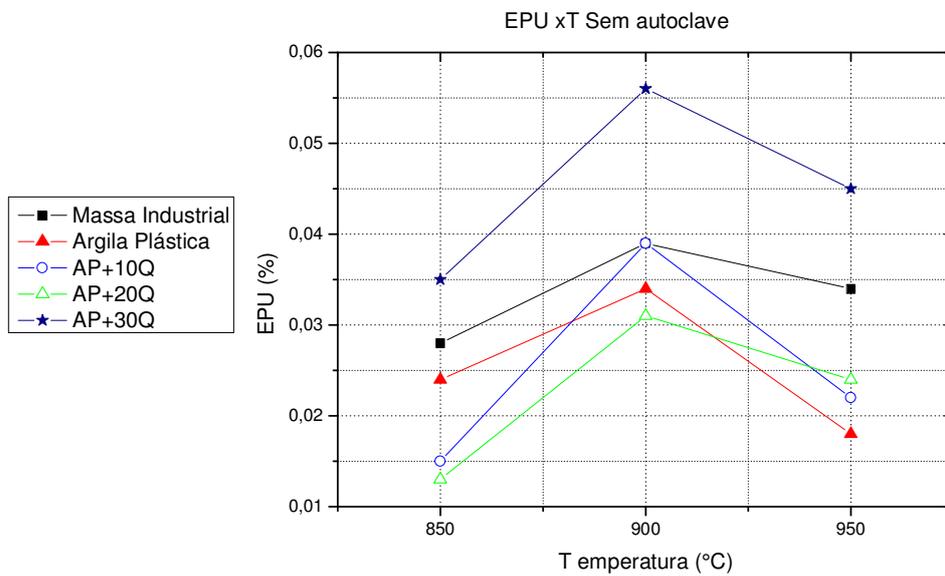
Analisando os resultados de EPU (%) obtidos por dilatométrica e com autoclavagem, apresentados na Tabela 4.10, observa-se que os valores de EPU foram os seguintes: Para a massa industrial, os valores variaram de 0,102% (à 850°C) a 0,179% (à 900°C). Para a argila plástica, variaram de 0,133% (à 850°C) a 0,181% (à 900°C), para a argila plástica com incorporação de 10% de quartzo, os valores variaram de 0,125% (à 850°C) a 0,184% (à 900°C). Para a argila plástica com incorporação de 20% de quartzo, os valores variaram de 0,110% (à 850°C) a 0,178% (à 900°C) e para a argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, os

valores variaram de 0,128% (à 850°C) a 0,188% (à 900°C). No tratamento em autoclave, as amostras apresentaram todos os valores de EPU(%) acima do limite recomendado pela especificação.

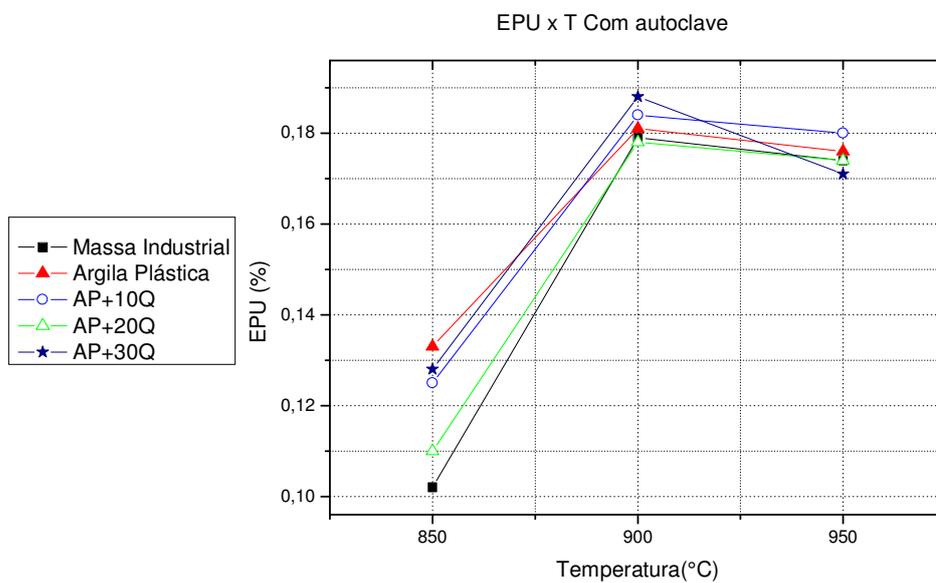
Os resultados de EPU(%) dos corpos-de-prova confeccionados em laboratório, após tratamento em autoclave de 0,7 MPa por 5h, queimados nas temperaturas de 800, 900 e 950°C, mostrados na Tabela 4.10, foram semelhantes aos resultados dos estudos realizados por Young e Brownell (1959) para oito tipos de argilas submetidas ao tratamento em autoclave de 2,04 MPa por 3 h e também por Campos (2002) para três amostras de massas plásticas para cerâmica vermelha submetidas ao tratamento em autoclave de 0,7 MPa por 5h.

Pode-se observar que as amostras apresentaram uma EPU mínima na temperatura de 850°C, para em seguida aumentar gradualmente até atingir um máximo na temperatura de 900°C, para depois diminuir com a elevação de temperatura de queima. Este comportamento se justifica pelo fato de que materiais cerâmicos quando queimados em baixas temperaturas, apresentam estrutura altamente porosa, propensa à penetração de água, todavia sem necessariamente a presença de fases amorfas ou vítreas. Com a elevação da temperatura de queima ocorre um gradual aumento no teor de fase vítrea com preenchimento dos poros e também a formação de fases amorfas (oriundas de reações no corpo cerâmico), com isto, ocorre uma elevação da EPU. Com o contínuo aumento de temperatura, o teor de fase vítrea aumenta ainda mais, havendo a diminuição da área específica e porosidade, enquanto que as fases amorfas formadas anteriormente transformam-se em cristalinas e/ou vítreas, possibilitando que o efeito de redução da porosidade provoque diminuição da EPU.

Os gráficos das Figuras 4.24 4.25 ilustram a influência da temperatura de queima na EPU para os corpos-de-prova confeccionados em laboratório, sem e com o tratamento em autoclave respectivamente.



**Figura 4.24** - Efeito da temperatura de queima sobre a EPU dos corpos de prova sem o tratamento em autoclave.



**Figura 4.25** - Efeito da temperatura de queima sobre a EPU dos corpos de prova com tratamento em autoclave (5h a 0,7 MPa).

Observa-se que tanto para os corpos-de-prova sem tratamento em autoclave, como para os corpos-de-prova com tratamento em autoclave, a temperatura de 900°C apresentou valores de EPU mais elevados. Pode-se concluir, desde já, que provavelmente nesta temperatura ocorre a formação de uma fase altamente reativa e amorfa, o que confirma os estudos de Milne (1958) e Young & Brownell (1959) e Campos (2002). Isto é preocupante, uma vez que a maioria das indústrias de cerâmica vermelha utilizam esta temperatura de queima para os seus produtos, podendo acarretar sério risco às construções em alvenaria estrutural.

Com base nos resultados de EPU das amostras estudadas, pode-se observar que os corpos-de-prova, sem tratamento em autoclave, das amostras de massa industrial queimados a 850°C, argila plástica e argila plástica com incorporação de 10 e 20% de quartzo queimados nas temperaturas de 850 e 950°C, estão abaixo do limite especificado, ou seja, menor que 0,3 mm/m (0,03%).

Quando comparamos os resultados de EPU dos corpos-de-prova das amostras analisadas, com tratamento em autoclave, com o valor limite de 0,3 mm/m (0,03%) especificado, observa-se que todas as amostras apresentaram valores superiores ao limite proposto.

Comparando os resultados de EPU dos corpos-de-prova, com e sem tratamento em autoclave, das amostras de argila plástica com os de argila plástica com incorporação de 10 e 20% de quartzo, tem-se que, a incorporação do quartzo, de um modo geral, apresentou um comportamento oscilante e pouco influenciou nos resultados da EPU para cada temperatura de queima, chegando até diminuir em alguns casos. Acredita-se que este comportamento insólito deve estar relacionado ao surgimento de alguma fase cristalina não identificada por DRX devido a sobreposição de picos da difração. Sabe-se que um produto final mais cristalino, com menos fases amorfas, explica uma menor EPU.

Os resultados de EPU para a amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, apresentaram uma tendência de crescimento, isto evidencia que a

adição de elevados teores de quartzo propicia valores elevados de EPU, o que estar de acordo com às expectativas geradas pela literatura.

Analisando os resultados de EPU para as amostras autoclavadas, em cada temperatura de queima, não houve variação significativa nos valores de EPU.

Quando compara-se os resultados da EPU, para amostras com autoclavagem, com os resultados da EPU das amostras sem autoclavagem, percebe-se que há um acréscimo considerável. Isto é uma tendência praticamente universal. Este resultado já era esperado, uma vez que a autoclavagem provoca a corrosão da fase vítrea, aumentando a energia superficial e abrindo poros antes fechados aumentando o teor de água adsorvida proveniente de vapores, através da elevação da temperatura e pressão, e conseqüentemente, ocorre uma elevação da EPU.

Com base nos dados da Tabela 4.4, não foram observadas correlações entre EPU e a composição química, havendo grande dispersão dos dados. Acredita-se que isso está relacionado às características peculiares de queima de cada amostra, as quais não são conhecidas e ao fato de se trabalhar com composições químicas muito semelhantes o que dificulta a análise de possíveis tendências. Este comportamento estar de acordo com os estudos realizados por Menezes (2001).

#### **4.4.2 Correlação entre a EPU e a Absorção de Água (AA) dos Blocos sem Autoclavagem**

A absorção de água é a quantidade de água que um corpo pode absorver em contato com a umidade. O seu valor é expresso em porcentagem do aumento de massa do produto em relação à sua massa seca. Segundo a literatura, apesar da absorção de água ter uma importante influência na EPU, para temperaturas inferiores a 1000°C não há uma correlação generalizada. O comportamento de absorção de água e suas possíveis relações com a EPU, são altamente dependentes da composição química e da temperatura de queima do corpo

cerâmico e que cada caso tem características próprias (Menezes, 2006). O grau de complexidade da correlação entre EPU e absorção de água (com ênfase à variação da temperatura de queima) também foi verificado por Andrade (2009), onde no seu estudo foi possível apenas estimar tendências da ordem de grandeza das EPUs através da associação entre absorção de água e variação de temperatura, no que se refere às adições calcárias. Portanto, pode-se concluir que a absorção de água não é um bom indicativo para a EPU.

A Figura 4.26 ilustra os resultados obtidos para a expansão por umidade (EPU) com relação à absorção de água para os corpos-de-prova sem autoclavagem. Com base na Figura 4.26, constata-se que para praticamente todas as amostras à medida que a temperatura de queima aumenta, ocorre uma tendência de diminuição dos valores da absorção. No entanto, a redução da absorção de água não implica necessariamente em diminuição nos valores da EPU. Conforme já explicado anteriormente, à baixas temperaturas um corpo cerâmico apresenta-se altamente poroso na sua estrutura, todavia sem necessariamente a presença de fases amorfas ou vítreas, fases estas susceptíveis a EPU, apresentando, portanto, baixa EPU. Com o aumento na temperatura de queima ocorre um aumento gradual no teor de fases vítreas e também de fases amorfas e mesmo com a redução da absorção de água, o surgimento destas fases provocam uma elevação da EPU. Continuando com o aumento de temperatura, o teor de fase vítrea aumenta ainda mais e as fases amorfas formadas anteriormente transformam-se em cristalinas e/ou vítreas, diminuindo a EPU.

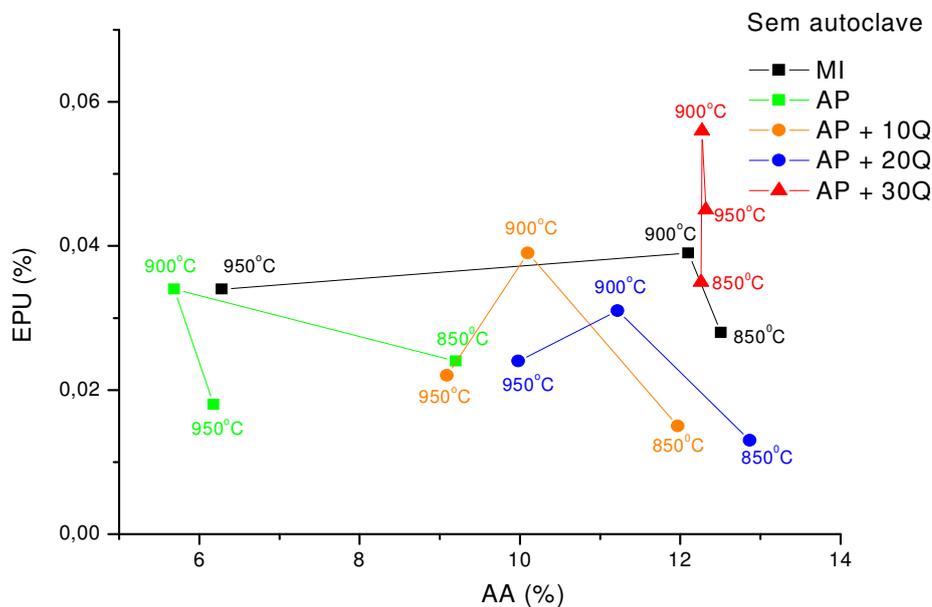


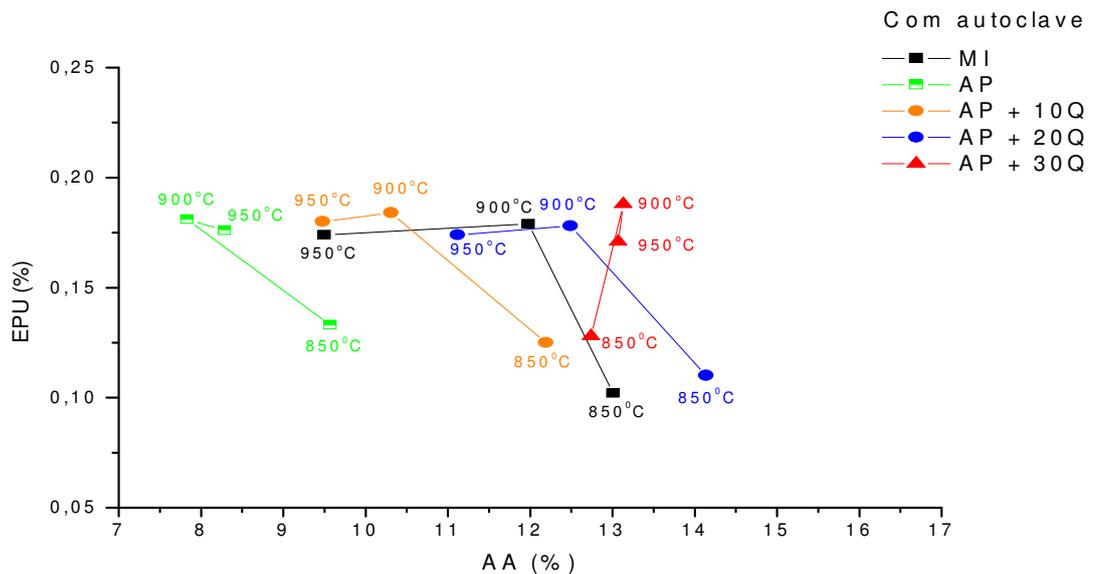
Figura 4.26 - EPU x absorção de água (AA) para blocos sem autoclave.

#### 4.4.3 Correlação entre a EPU e a Absorção de Água (AA) dos Blocos com Autoclavagem

A Figura 4.27 ilustra os resultados obtidos para a expansão por unidade (EPU) com relação à absorção de água para os corpos-de-prova com autoclavagem.

Com base na Figura 4.27, constata-se que para praticamente todas as amostras à medida que a temperatura de queima aumenta ocorre uma tendência de diminuição dos valores da absorção de água. No entanto, a redução da absorção de água não implica necessariamente em diminuição nos valores da EPU. Comportamento semelhante ao dos corpos-de-prova sem autoclavagem.

Observa-se, também, de acordo com a Figura 4.27, que ocorreu um acréscimo nos valores da absorção de água e da EPU (com ênfase à variação da temperatura de queima) quando do tratamento em autoclave. O que atende às expectativas da literatura.



**Figura 4.27** - EPU x absorção de água (AA) para blocos com autoclave.

Ainda, de acordo com as Figuras 4.26 e 4.27, observa-se que para o teor de 30% de quartzo, os valores das absorções mantiveram-se praticamente constantes, independente da temperatura de queima, fato este já explicado através das curvas de gresificação.

De acordo com a literatura à medida que se adiciona quartzo numa formulação cerâmica, ocorre um menor empacotamento das partículas durante a conformação, atuando na sensibilidade à água, favorecendo, com isto, um acréscimo da EPU. Fato este evidenciado de forma mais marcante na amostra AP + 30% quartzo.

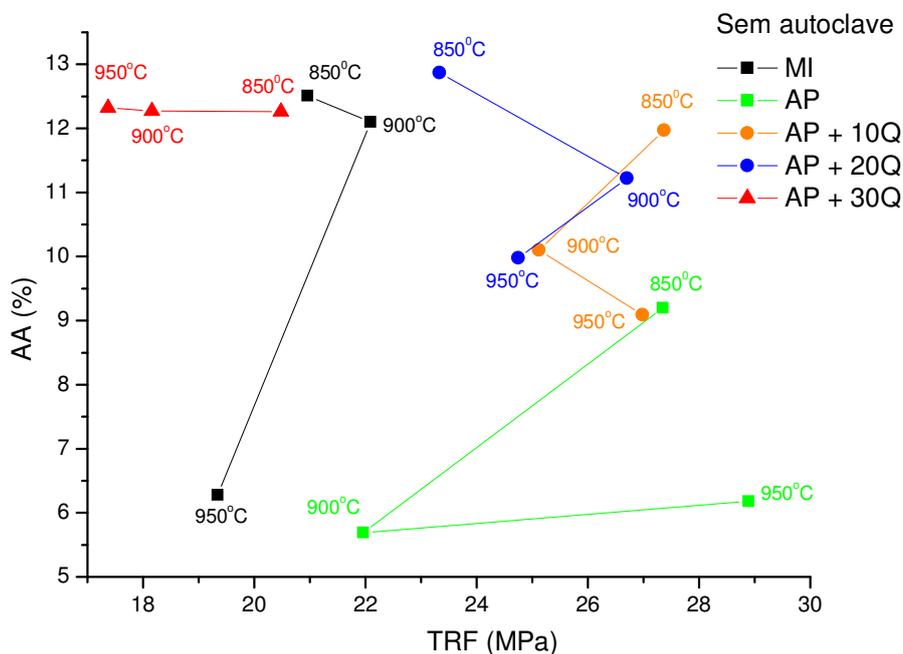
#### 4.5 Correlação entre Absorção de Água (AA) e Tensão de Ruptura à Flexão (Trf) dos Blocos sem Autoclavagem

A relação entre resistência mecânica e absorção de água (AA) é altamente dependente de parâmetros cujo grau de complexidade impede a sua indicação em um modelo abrangente, devendo cada caso ser analisado através das peculiaridades que os envolvem.

O gráfico da Figura 4.28 mostra os resultados da tensão de ruptura à flexão (Trf) com relação a absorção de água (AA) para os corpos-de-prova não autoclavados, como forma de ilustrar as possíveis correlações.

Pode-se observar, através da Figura 4.28, que não existe uma correlação entre AA e resistência mecânica. Pode-se, no entanto, estimar tendências da ordem de grandeza da resistência mecânica com relação à absorção de água.

Para a amostra massa industrial, a medida que a AA diminuiu, com o aumento da temperatura de queima, não ocorreu variações significativas na resistência mecânica, o mesmo comportamento ocorreu para as amostras AP + 10%Q e AP + 20%Q. Porém, para a amostra argila plástica (AP) houve uma redução da resistência mecânica com a diminuição da AA, na temperatura de 900°C, não sendo observada uma explicação plausível para o fato aparentemente incoerente.



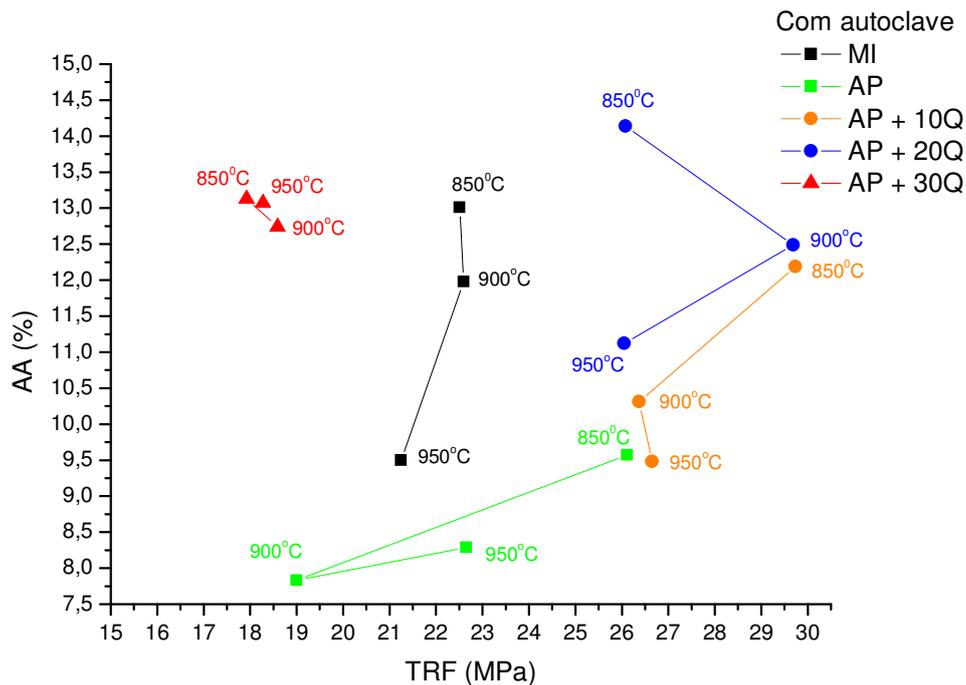
**Figura 4.28** - Tensão de ruptura à flexão (Trf) x absorção de água (AA) para blocos sem autoclave.

Para o teor de 30% de quartzo, os valores das absorções mantiveram-se praticamente constantes, independente da temperatura de queima, o mesmo ocorreu com os valores da resistência mecânica.

#### 4.6 Correlação entre Absorção de Água (AA) e Tensão de Ruptura à Flexão (Trf) dos Blocos com Autoclavagem

O gráfico da Figura 4.29 mostra os resultados da tensão de ruptura à flexão (Trf) com relação a absorção de água (AA) para os corpos-de-prova autoclavados.

Pode-se observar, através da Figura 4.29, que o comportamento para as amostras autoclavadas é semelhante ao das amostras sem autoclavagem, ou seja também não há uma correlação entre AA e resistência mecânica. O que foi dito para as amostras sem autoclavagem, serve para as amostras autoclavadas.



**Figura 4.29** - Tensão de ruptura à flexão (Trf) x absorção de água (AA) para blocos com autoclave.

Comparando-se os resultados, obtidos através das Figuras 4.28 e 4.29 para amostras sem e com o tratamento em autoclave, pode-se observar que a adição do quartzo em diferentes teores, apresentou, de uma forma geral, um comportamento oscilante da absorção de água com relação a resistência mecânica.

#### 4.7- Tensão de Ruptura à Flexão (Trf)

Na literatura cerâmica são encontrados poucos dados relativos ao comportamento mecânico de blocos sujeitos à EPU. Assim este trabalho visa preencher esta lacuna.

Na Tabela 4.11, está apresentado um resumo dos resultados da tensão de ruptura à flexão, pelo método dos três pontos, das amostras estudadas com e sem o tratamento em autoclave (5h a 0,7 MPa).

**Tabela 4.11** - Resumo dos resultados da tensão de ruptura à flexão (Trf).

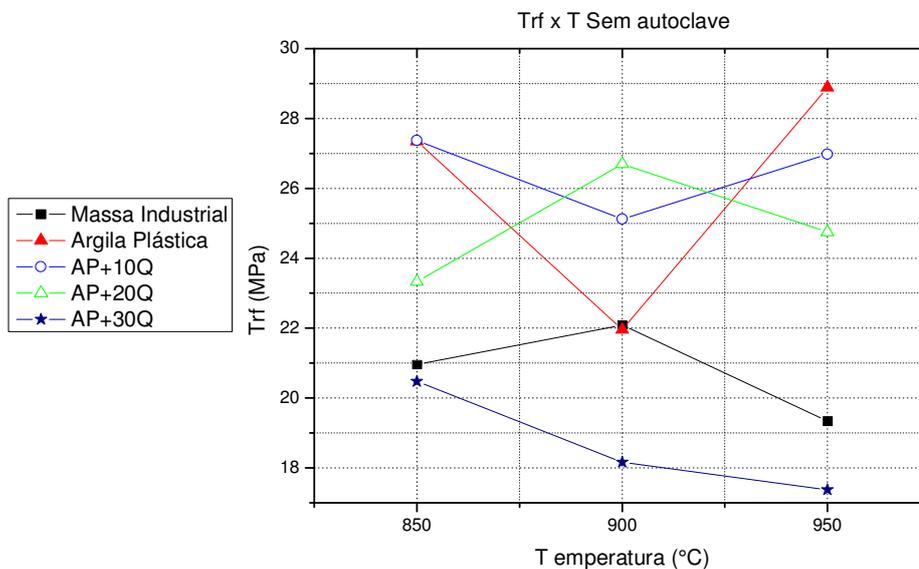
Amostras	TQ (°C)	Tensão de ruptura à flexão (Trf) - MPa	
		Método dos três pontos	
		Sem autoclave	Com autoclave
Massa industrial	850	20,96±2,63	22,51±2,75
	900	22,09±2,67	22,60±1,92
	950	19,34±2,12	21,25±2,48
Argila plástica	850	27,35±2,59	26,11±2,03
	900	21,96±2,53	19,00±1,48
	950	28,89±1,55	22,65±1,95
Argila plástica + 10% de quartzo	850	27,37±1,75	29,74±2,17
	900	25,12±2,02	26,37±1,35
	950	26,98±2,07	26,65±1,95
Argila plástica + 20% de quartzo	850	23,33±2,46	26,08±1,93
	900	26,70±1,79	29,69±1,39
	950	24,75±1,35	26,05±2,41
Argila plástica + 30% de quartzo	850	20,48±0,96	18,59±1,71
	900	18,16±0,63	17,92±0,90
	950	17,37±1,01	18,28±1,17

TQ - Temperatura de Queima

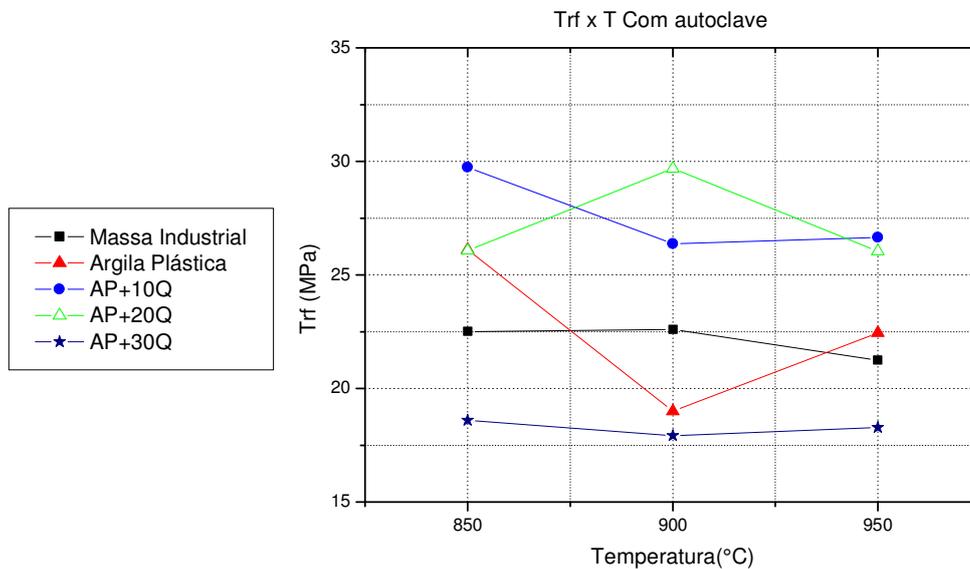
De acordo com os resultados contidos na Tabela 4.11, para tensão de ruptura à flexão, verifica-se que todas as amostras apresentaram valores superiores ao mínimo especificado por Barzaghi & Salge (1982) (in Souza Santos, 1992) para blocos furados que é de 6,0 MPa.

Os resultados obtidos para a tensão de ruptura à flexão ( $T_{rf}$ ) das amostras estudadas, contidos na Tabela 4.11, em função da temperatura de queima (TQ), encontram-se nas Figuras 4.30 e 4.31. A apresentação dos resultados em forma de gráfico permite um melhor entendimento do comportamento mecânico das amostras analisadas.

Os resultados da resistência mecânica em função da temperatura de queima não apresentaram um grau de previsibilidade, uma vez que não ocorreu uma relação direta entre a  $T_{rf}$  x TQ, sendo possível indicar algumas tendências.



**Figura 4.30** - Efeito da temperatura de queima sobre a tensão de ruptura à flexão das amostras sem autoclavagem.



**Figura 4.31** - Efeito da temperatura de queima sobre a tensão de ruptura à flexão das amostras com autoclavagem.

Para a amostra massa industrial, houve pouca variação nos resultados da resistência mecânica, quando comparados os corpos-de-prova sem autoclavagem com os corpos-de-prova com autoclavagem, para idênticas temperaturas de queima.

As amostras argila plástica (AP), AP + 10 % quartzo e AP + 20% quartzo, de uma forma geral, propiciaram resultados adequados para a resistência mecânica, tanto para os corpos-de-prova sem autoclavagem como para os corpos-de-prova com autoclavagem, para idênticas temperaturas de queima, contrariando às expectativas da literatura.

Os valores para a resistência mecânica da amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, indicam uma tendência de queda no comportamento mecânico, tanto para amostras autoclavadas como não autoclavadas. O quartzo em proporções mais elevadas reduz o comportamento mecânico. Isto já foi justificado com a idéia de empacotamento das partículas e curvas de gresificação.

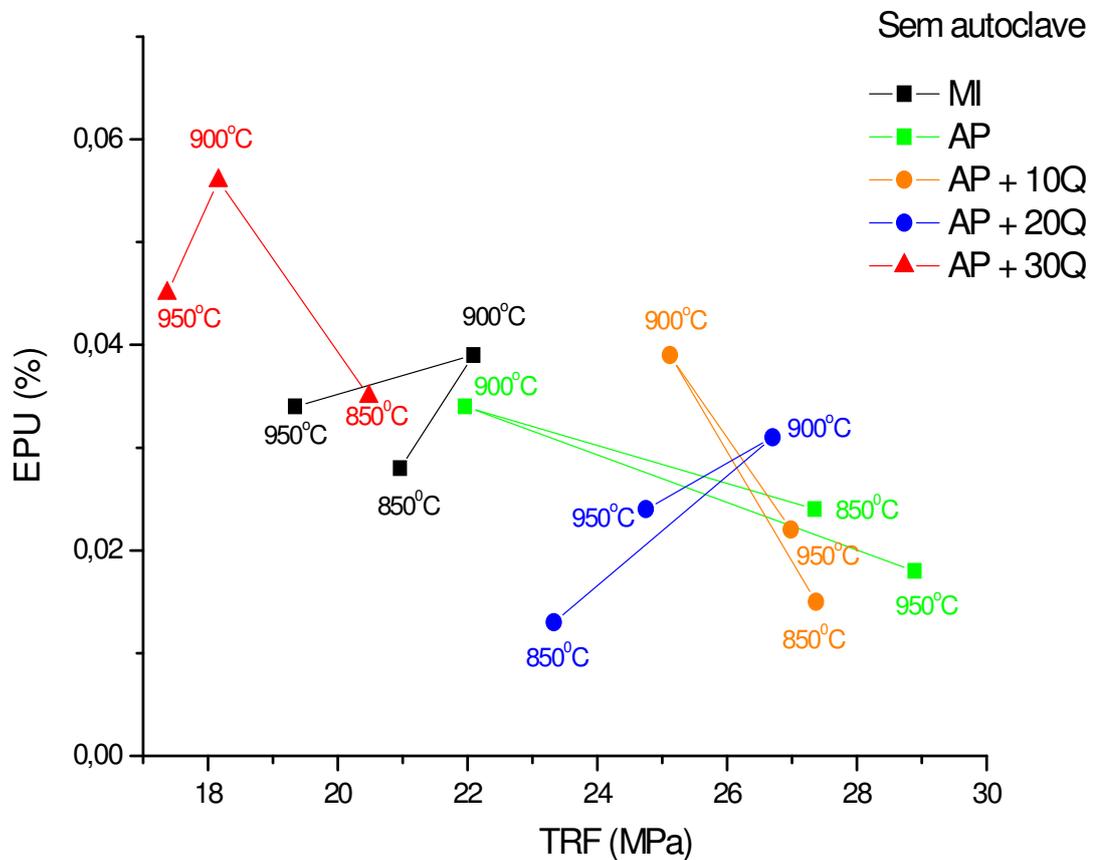
A amostra argila plástica queimada na temperatura de 900°C, apresentou uma maior quantidade de corpos-de-prova com a presença de coração negro. Isto justifica a queda no comportamento mecânico nesta temperatura.

A causa provável, das anomalias observadas na relação entre Tensão de Ruptura à flexão ( $T_{rf}$ ) x Temperatura de queima (TQ), é a diferença na densidade de empacotamento e conseqüente diferenças na transmissão de calor da parte externa para o interior dos corpos cerâmicos durante sua queima, para a obtenção de uma microestrutura homogênea do corpo cerâmico após queima. A literatura afirma que as propriedades mecânicas são influenciadas por diferenças na taxa de sinterização em diferentes locais em uma mesma peça. Do mesmo modo, microrregiões de diferentes condutividade térmica devem influenciar nas tensões térmicas geradas no corpo cerâmico. Estes fatores devem ter influenciados de forma considerável na dispersão de valores da resistência mecânica das amostras estudadas.

#### **4.8 Correlação entre Tensão de Ruptura à Flexão ( $T_{rf}$ ) e EPU dos Blocos sem Autoclavagem**

O gráfico da Figura 4.32 mostra os resultados da tensão de ruptura à flexão ( $T_{rf}$ ) com relação a expansão por umidade (EPU) para os corpos-de-prova sem autoclavagem.

Com base nos resultados mostrados na Figura 4.32, observa-se que a amostra massa industrial apresentou pouca variação no comportamento mecânico (valores próximos estão dentro do desvio padrão), à medida que aumentou-se a temperatura de queima, apesar do aumento nos valores da EPU.



**Figura 4.32** - Tensão de ruptura à flexão (Trf) x EPU para blocos sem autoclave.

Comparando os resultados das amostras de argila plástica (AP) com os de AP + 10%Q e AP + 20%Q, verifica-se que o acréscimo da EPU, à medida que aumentou-se a temperatura de queima, pouco influenciou no comportamento mecânico (os valores também estão dentro do desvio padrão) .

Os valores para a resistência mecânica da amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, quando comparados com as amostras argila plástica (AP), AP + 10%Q e AP + 20%Q, indicam uma tendência de queda na resistência mecânica para valores crescentes da EPU. Isto sugere que o aumento

no teor de quartzo afeta significativamente o comportamento mecânico. Fato este já justificado anteriormente.

#### 4.9 Correlação entre Resistência Mecânica (Trf) e EPU dos Blocos com Autoclavagem

O gráfico da Figura 4.33 mostra os resultados da tensão de ruptura à flexão (Trf) com relação a expansão por umidade (EPU) para os corpos-de-prova com autoclavagem.

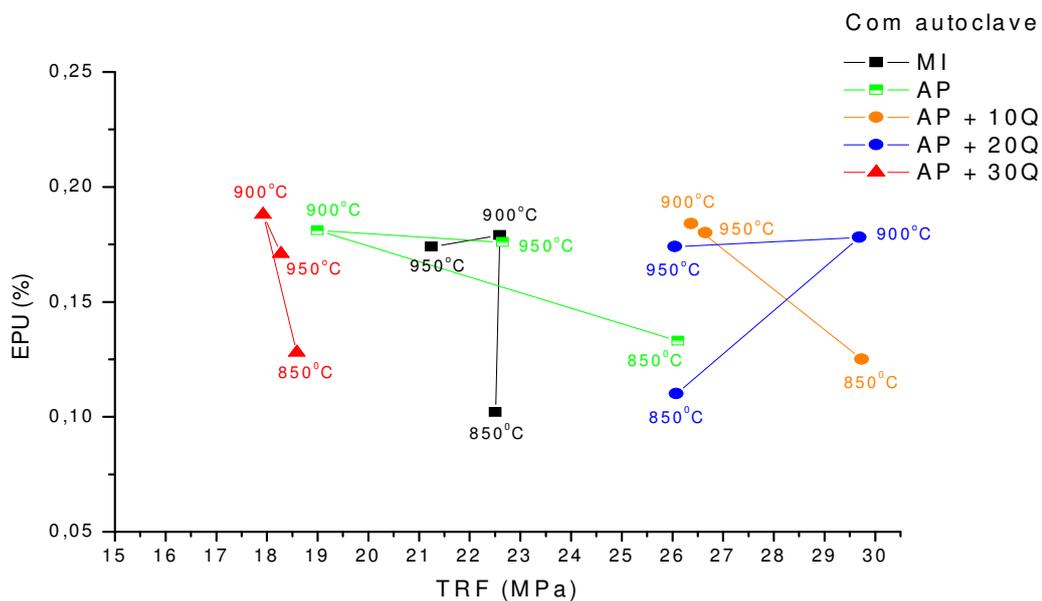


Figura 4.33 - Tensão de ruptura à flexão (Trf) x EPU para blocos com autoclave.

Com base nos resultados mostrados na Figura 4.33, observa-se que para a amostra massa industrial o comportamento foi semelhante aos resultados sem autoclavagem.

Para as amostras argila plástica (AP), AP + 10%Q, AP + 20%Q e AP + 30%Q, houve pouca variação da EPU e uma dispersão de valores da resistência mecânica.

Os valores para a tensão de ruptura à flexão da amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, quando comparados com as amostras argila plástica (AP), AP + 10%Q e AP + 20%Q, indicam também uma tendência de queda na resistência mecânica para valores crescentes da EPU.

Quanto as Figuras 4.32 e 4.33, fica-se evidente que nem sempre os valores máximos da tensão de ruptura à flexão correspondem aos valores mínimos das EPU. Observa-se ainda que, de uma forma geral, houve um comportamento oscilante da influência do teor de quartzo sobre a EPU e a resistência mecânica, à medida que aumentou-se a temperatura de queima.

Quando compara-se os valores da tensão de ruptura à flexão das amostras argila plástica (AP) com os das amostras AP + 10%Q e AP + 20%Q, tanto para amostras autoclavadas como não autoclavadas, observa-se que, em alguns casos, a resistência mecânica aumentou com a incorporação do quartzo embora tal aumento não correspondesse a uma diminuição da EPU. Além da causa provável já explicada na análise da resistência mecânica em função da temperatura de queima, esta aparente anomalia estar de acordo com estudos realizados por Hotza et al (2004) que ao analisarem a influência do quartzo em porcelanas triaxiais, concluíram que as formulações que apresentaram as maiores quantidades de quartzo, apresentaram valores elevados para a resistência mecânica e citam os estudos de Carty e Senapati (1998), que afirmam que a diferença no coeficiente de dilatação entre a matriz vítrea e partículas dispersas, como quartzo, produzem tensões compressivas na matriz vítrea, o que leva a um aumento da resistência mecânica. Esta teoria é também chamada de teoria da pré-tensão, proposta por Dietzel, provavelmente em analogia ao concreto protendido.

Diante do exposto, esta pesquisa confirma o entendimento da literatura cerâmica no que diz respeito ao complexo fenômeno da expansão por umidade (EPU), persistindo, ainda, às controvérsias referentes ao assunto. Nesse sentido, acredita-se que a única maneira de se manter a EPU sob controle é através de estudos que permitam entender melhor os mecanismos que levam a esse fenômeno.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados neste trabalho, pode-se chegar às seguintes conclusões:

#### **Caracterização física e mineralógica das massas cerâmicas estudadas**

- as massas estudadas são granulometricamente formadas com predomínio das frações silte mais areia e uma faixa de valores pequena para a fração argila.
- se tratam de amostras de argilas quaternárias recentes, apresentando nas suas composições mineralógicas principalmente as fases caulíníticas, mica/ilita e quartzo, apresentando também perda de água e matéria orgânica.

#### **Propriedades físico-mecânicas das amostras estudadas frente ao tratamento em autoclave**

- Os resultados dos corpos-de-prova autoclavados se enquadram no grupo de cerâmica vermelha, uma vez que atendem as recomendações para que uma massa cerâmica possa ser utilizada na fabricação de blocos cerâmicos por extrusão.
- Ocorreu um acréscimo nos valores das propriedades físico-mecânicas com a autoclavagem.

#### **Relação entre absorção de água e retração linear de queima (sem e com autoclavagem)**

- Para a amostra argila plástica + 30% quartzo, sem e com autoclavagem, observa-se que os corpos-de-prova apresentaram um menor aumento da retração linear e ao mesmo tempo a absorção de água permaneceu praticamente constante com o aumento da temperatura de queima,
- Para as demais amostras, ocorreu um aumento da retração linear e uma diminuição da absorção de água para um respectivo aumento da temperatura de queima.

### **Evolução da EPU em função da temperatura de queima (sem e com autoclavagem)**

- Todas as amostras apresentaram uma EPU mínima na temperatura de 850°C, para em seguida aumentar gradualmente até atingir um máximo na temperatura de 900°C, para depois diminuir com a elevação de temperatura de queima.

- Tanto para os corpos-de-prova sem tratamento em autoclave, como para os corpos-de-prova com tratamento em autoclave, a temperatura de 900°C apresentou valores de EPU mais elevados.

- Os resultados de EPU dos corpos-de-prova, com e sem tratamento em autoclave, das amostras argila plástica, argila plástica com incorporação de 10% quartzo e 20% de quartzo, apresentaram um comportamento oscilante e pouco influenciaram nos resultados da EPU para cada temperatura de queima, chegando até diminuir em alguns casos.

- Os resultados de EPU para a amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, apresentaram uma tendência de crescimento, evidenciando que a adição de elevados teores de quartzo propicia valores elevados de EPU.

- Quando comparou-se os resultados da EPU, para amostras com autoclavagem, com os resultados da EPU das amostras sem autoclavagem, percebeu-se que há um acréscimo considerável.

### **Relação entre EPU e absorção de água (AA) (sem e com Autoclavagem)**

- Para praticamente todas as amostras à medida que a temperatura de queima aumentou, ocorreu uma tendência de diminuição dos valores da absorção. No entanto, a redução da absorção de água não implicou necessariamente em diminuição nos valores da EPU.

- Para o teor de 30% de quartzo, os valores das absorções de água mantiveram-se praticamente constantes, independente da temperatura de queima.

### **Relação entre absorção de água (AA) e tensão de ruptura à flexão (Trf) (sem e com autoclavagem)**

- Para a amostra argila plástica (AP), houve uma redução da resistência mecânica com a diminuição da AA, na temperatura de 900°C.

- Para o teor de 30% de quartzo, os valores das absorções de água mantiveram-se praticamente constantes, independente da temperatura de queima, o mesmo ocorreu com os valores da resistência mecânica.

- Comparando-se os resultados obtidos para amostras sem e com o tratamento em autoclave, constatou-se que a adição do quartzo, em diferentes teores, apresentou, de uma forma geral, um comportamento oscilante da absorção de água com relação a resistência mecânica.

### **Evolução da tensão de ruptura à flexão (Trf) em função da temperatura de queima (sem e com autoclavagem)**

- Todas as amostras apresentaram valores superiores ao mínimo especificado por Barzaghi & Salge (1982) para blocos furados que é de 6,0 MPa.

- Os valores para a resistência mecânica da amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, indicaram uma tendência de queda no comportamento mecânico, tanto para amostras autoclavadas como não autoclavadas.

### **Relação entre EPU e tensão de ruptura à flexão (Trf) (sem e com autoclavagem)**

- Comparando os resultados das amostras de argila plástica (AP) com os de AP + 10%Q e AP + 20%Q, verificou-se que o acréscimo da EPU, à medida que aumentou-se a temperatura de queima, pouco influenciou no comportamento mecânico (os valores também estão dentro do desvio padrão) .

- Os valores para a resistência mecânica, sem e com autoclavagem, da amostra argila plástica com incorporação de 30% de quartzo, quando comparados com as amostras argila plástica (AP), AP + 10%Q e AP + 20%Q, indicaram uma tendência de queda na resistência mecânica para valores crescentes da EPU.

- Para as amostras argila plástica (AP), AP + 10%Q, AP + 20%Q e AP + 30%Q, com autoclavagem, houve pouca variação da EPU e uma dispersão de valores da resistência mecânica.

### **CONCLUSÃO FINAL**

Finalmente, observa-se, de acordo com os resultados obtidos, a importância do trabalho, mostrando a complexidade que representa o fenômeno da expansão por umidade (EPU). As conclusões apresentadas atendem plenamente ao objetivo proposto. A adição do quartzo finamente moído, nos teores especificados e nas condições estudadas, de uma forma geral, pouco influenciou nos resultados de EPU, exceto para a adição de 30%. A adição de quartzo fino em proporções mais elevadas reduz o comportamento mecânico.

## CAPÍTULO VI

### SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Visando contribuir para um maior entendimento e interpretação do fenômeno de EPU de materiais cerâmicos bem como dos seus métodos de determinação, pode-se sugerir os seguintes temas de pesquisa:

- Comparar os ensaios de determinação da EPU por fervura e autoclavagem, para verificar as condições de ensaios que conduzem a resultados similares ou idênticos.

- Fazer estudos com blocos cerâmicos de seis e oito furos de forma a observar seu comportamento mecânico antes e após a EPU com uso das normas da ABNT.

- Procurar a relação entre o comportamento mecânico indicado no ponto anterior com o comportamento mecânico à flexão obtido pelos métodos dos três e quatro pontos.

- Analisar o efeito das requeimas durante os ensaios de determinação de EPU na área específica dos materiais, a fim de descobrir se há alteração na estrutura após requeimas sucessivas.

- Estudar a EPU em massas para uso em cerâmica vermelha com inclusão de quartzo em diferentes granulometrias para se verificar o efeito da temperatura de transformação do fator  $\phi$  para  $\phi$ .

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. Determinação do limite de liquidez - **NBR 6459**, 1984.

\_\_\_\_\_. Determinação do limite de plasticidade - **NBR 7180**, 1984.

\_\_\_\_\_. Placas cerâmicas para revestimento: métodos de ensaio e especificação - **NBR 13818**, 1997.

ALVES, F.B.; VIEIRA, C.M.F.; MONTEIRO, S.N. **Caracterização de argilas da fazenda Santa Helena do município de Campos dos Goytacazes-RJ**. In: Anais do 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Porto Alegre, 2004.

AMORIM, L.V. ; MORAIS, C.G. ; SEGADÃES, A.M.C.B. ; FERREIRA, H.C. **Estudos preliminares visando o uso da dilatométrica na determinação da expansão por umidade - EPU**. Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro-SP, 2000.

AMORÓS, J.L.; SANCHÉZ,E.; CANTAVELLA,V.; e MONZÓ, M. **Mechanical properties of green ceramic bodies**. Quali, Castellón-Spain, 2000.

ANDRADE, R. A. **Ação dos carbonatos alcalino-terrosos na EPU e nas propriedades mecânicas de blocos cerâmicos da região metropolitana do Recife: Uma análise comparada com protótipos do Estado da Paraíba tomados como referência**. Exame de qualificação. 114f. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande - PB, 2008.

\_\_\_\_\_. **Efeito do carbonato de cálcio sobre a EPU e a absorção de água de blocos cerâmicos**. Anais do 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Porto de Galinhas - PE, 2008.

\_\_\_\_\_. **Efeito da ação de carbonatos sobre a expansão por umidade associada às propriedades cerâmicas de blocos destinados à construção civil**. Tese de Doutorado. 145f. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB, 2009.

ASTM. Standard test methods for flexural properties of plastics and electrical insulating materials. **ASTM D790-71**, 1978.

\_\_\_\_\_. Standard test method for moisture expansion of fired whiteware products. **ASTM C 370-88**, 1994.

BALDO, J.B. **Parâmetros relevantes na normalização de blocos cerâmicos para alvenaria**. Congresso Brasileiro de Cerâmica, Blumenau-SC, 1997.

BARZAGHI, L. ; SALGE, A. **Argilas para materiais de construção**. Cerâmica, v. 28, n°. 151, 1982, 300p.

BERBERIAN, D. **Folha de Pernambuco, Recife, 24 nov. 2004**

BOSCHI, A.O.; QUINTEIRO, E. ; MELCHIADES, F.G. A curva de gresificação: Parte I. Cerâmica Industrial, 01 (04/05),1996. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br>> Acesso em: < fev. 2009>.

BOWMAN, R. **Melhorando a precisão das determinações da expansão por umidade**. Cerâmica Industrial, 01 (04), 25 , 1996. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br>> Acesso em: <fev. de 2007>.

BRAGANÇA, S.R.; BERGMANN, C.P. **Aspectos teóricos sobre a resistência mecânica de porcelanas**. Cerâmica, São Paulo, v.50 n° 314, 2005

CAMPOS, L.F.A , MACEDO, R.S. E FERREIRA, H.C. **Estudo da expansão por umidade (EPU) em cerâmica vermelha**. Anais do 43º Congresso de Cerâmica, Florianópolis-SC, 1999.

CAMPOS, L.F.A. **Estudo da expansão por umidade (EPU) em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba**. Dissertação de Mestrado. 106f. Universidade Federal da Paraíba. Campina Grande- PB, 2002.

CAPUTO, H.P. **Mecânica dos solos e suas aplicações fundamentais**. Rio de Janeiro: Livros técnicos, v.1, 1994.

CARTY, W.M.; SENAPATI, U. Porcelain - raw materials, processing, phase evolution and mechanical behavior. J. Am. Ceram. Soc. V 81, n.1, p.3-20, 1998.

CHEW, M.Y.L. **Factors affecting ceramic tile adhesion for external cladding, construction and building materials**, 13 293. 1999.

CHIARA, G.D.; BORRONI, G.M.; CHIARA, A.D. **A tecnologia do processo de produção na indústria de cerâmica vermelha**. Curso de formação para profissionais da indústria de cerâmica vermelha, apostila, ACIMAC/IEC. Florianópolis-SC, 2000.

CHIARI, L.; OLIVEIRA, C.J.; MONTEIRO, C.S. ; FORJAZ, N.V. e BOSCHI, A.O. **Expansão por umidade - Parte I: O fenômeno**. Cerâmica Industrial, 01 (01). 06, 1996. Disponível em <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <mar. 2007>.

CHU, G.P.K. **Microstructures of complex ceramics, in ceramic microstructures**. Editado por Fultrah, R.M. e Pask, J.A.; Robert E. Krieger, Huntington, 1976.

COLE, W.F. **The contribution of the CSIRO to the study of the moisture expansion of bricks**. J. Aust. Ceram. Soc. 22 (1), 45, 1986.

COLE, W.F. ; BANKS, J.P. **Studies on the moisture expansion of monocultura floor tiles of Australian manufacture**. Key engineering materials, J. Am. Ceram.Soc., 53-55 185, 1991.

CRUZ, T.T. **Qualidade e variabilidade de matérias-primas cerâmicas**. Cerâmica industrial, 7 (5), 2002. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <jun. 2008>.

DEMEDIUK, T. ; COLE, W.F. **Contribution to the study of moisture expansion in ceramic materials**. J. Am. Ceram. Soc., 43 - 1960.

DIÁRIO DE PERNAMBUCO. **Projeto do Aquarela teve falhas**. Recife, 01 ago. 1997.

DI PRIMIO, S.; BILLI, F.; ZANI, Z. **Influenza delle materie prime sul coefficiente di dilatazione**. Cerâmica Informazione, 4, n° 360, p. 149-154, 1996.

ELIAS, X. A. **fabricação de materiais cerâmicos**. Editora Ecnotermia cerâmica S. L. Matardepera, Barcelona, 1995.

EMILIANI, G.P.; CORBARA, F. **Tecnologia cerâmica**. Faenza: Editoriale Faenza Editrice, v 1., 1999.

ENRIQUE, J.; BELTRÁN,V.; NEGRE,P.; FELIÚ,C. **Acuerdo esmalte-suporte (IV). Determinacion de la resistência al cuarteo de piezas cerâmicas**, *Tecnica ceramica*. 183 282, 1990.

FERREIRA, H.C.; BAUMGARTNER,J.B. **A insuficiência dos ensaios de choque térmico e autoclavagem para caracterizar o fendilhamento do vidrado de azulejos após fixação**. *Cerâmica* 26 (130), 263, 1980.

GARCÍA, J.; BARBA, A.; FELIU, C. **Materias primas para la fabricación de soportes de baldosas cerâmicas**. AICE, Castellón-Espanha, 1997.

GOMES C.M. AMORIM,L.V.; SEGADÃES, A.M.C.B. e FERREIRA,H.C. **Estudos preliminares visando o uso da dilatomètria na determinação da expansão por umidade (EPU)**. Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro-SP, 2000.

GONÇALVES, W. **Tecnologia em cerâmica vermelha**. Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial- SENAI,. Sem data.

HOLSCHER, H.H. **Effects of autoclave treatments on ceramic bodies and clays**. *J. Am. Ceram. Soc.*, 14 (03) 207, 1931.

HOSKING, J.S.; HUEBER,H.V. **Moisture expansion, `moisture movement\_ and `drying shrinkage\_ of structural clay products**. *Trans.Brit.Ceram. Soc.*, London, v.59, p.107-120, 1960.

HOSKING, J.S. **Ceramic bodies and their chemically sorbed water**. *J. Am. Ceram. Soc.*, 15 (01) 1, 1978.

HOTZA, D.; SILVA, H.C.; SILVA, N.S. **Influência do quartzo na deformação pirolástica de porcelanas triaxiais**. *Cerâmica industrial*, 9 (5/6) Set/Dez, 2004. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <maio 2007>.

ISO 10545. **International Standartization Organization**. *Ceramic tiles-Part 10*, 1995.

JÚNIOR, L.A.G.; SOUZA, M.H.O.; MORENO, M.M.T. **Aditivação experimental de um quartzo filito às argilas de uma mina do pólo cerâmico de Santa Gertrudes pelo processo de via seca**. *Cerâmica industrial*, 9 (5/6) Set/Dez, 2004. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <maio 2007>.

LIRA, C.; ALARCON, O.E.; SILVEIRA, M.D.M.; BIANCHI, J.A.A.; HONORATO, E.L.; COSTA, L. **Efeitos da composição e da temperatura de queima na expansão por umidade de corpos cerâmicos.** Cerâmica industrial, 02 (01/02), 27, 1997. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br>>. Acesso em: <jun. 2007>.

LIRA, C. **Efeito de carbonatos de Ca, Mg e Li e do ciclo de queima na expansão por umidade de materiais cerâmicos porosos para revestimento.** Dissertação de Mestrado. 105f. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC, 1997.

LOMAX, J. e FORD, R.W. **Investigations into a method for assessing the long term moisture expansion of clay brick.** Trans, & j. Brit. Ceram. Soc. 82 (03), 79, 1983.

MACEDO, R.S. **Estudo das matérias-primas e tijolos cerâmicos furados produzidos no Estado da Paraíba.** Dissertação de Mestrado. 112f. Universidade Federal da Paraíba. Campina Grande-PB, 1997.

MACEDO, R.S. **Estudo comparativo entre massas cerâmicas industriais e aditivadas para uso em blocos cerâmicos.** Tese de Doutorado. 125f. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB, 2005.

McBURNEY, J.W. **Masonry cracking and damage caused by moisture expansion of structural clay tile.** J. Am. Ceram. Soc., Testing materials Proc. 54, 1219, 1954.

MELLOR, J. W. **The crazing of glazed wall-tiles in service.** Trans. Ceram. Soc. England, 36 443, 1937.

MENEZES, R.R. **Estudo da expansão por umidade e de características cerâmicas correlatas de placas cerâmicas para revestimento.** Dissertação de Mestrado. 121f. Universidade Federal da Paraíba. Campina Grande-PB, 2001.

MENEZES, R.R.; SEGADÃES, A.M.; FERREIRA, H.S.; FERREIRA, H.C. **Inter-relação entre a expansão por umidade e absorção de água de pisos cerâmicos comerciais.** Anais do 46º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Paulo-SP, 2002.

MENEZES, R.R.; CAMPOS, L.F.; FERREIRA, H.S.; FERREIRA, H.C. **Expansão por umidade: Metodologia para sua avaliação e estudo de casos.** Cerâmica industrial,

10 (2) Mar/Abr, 2005. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <jul. 2007>.

MENEZES, R.R.; CAMPOS,L.F.; NEVES,G.A.; FERREIRA,H.C. **Aspectos fundamentais da expansão por umidade: uma revisão. Parte I: Aspectos históricos, causas e correlações.** Cerâmica 52, 1-14, 2006.

MERRIT, G.E.; PETERS,C.G. **Interferometer measurements of the thermal dilation of glazed ware.** J. Am. Ceram. Soc., 9 327, 1926.

MILNE, A.A. **Expansion of fired kaolin when autoclaved and effect of additives.** Brit. Ceram. Trans., 57 (3) 148, 1958.

MIRANDA, F.S.; AMORIM,L.V.; NEVES,G.A.; OLIVEIRA,R.A. e FERREIRA,H.C. **Estudos das causas da falência estrutural de edifício em alvenaria estrutural.** Anais do 44º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Pedro - SP, 2000.

MIRANDA, F.S. **Estudo da expansão por umidade e da resistência mecânica dos tijolos do edifício Aquarela, Jaboatão dos Guararapes - PE.** Dissertação de Mestrado. 82f. Universidade Federal da Paraíba. Campina Grande-PB, 2001.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; JÚNIOR, M.C. **As matérias-primas cerâmicas. Parte I: O perfil das principais indústrias cerâmicas e seus produtos.** Cerâmica industrial, 6 (2) março/abril, 2001. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br>>. Acesso em: <jan. 2008>.

NAVARRO, R.F. **Materiais e ambiente.** João Pessoa-PB. Editora da Universidade Federal da Paraíba - UFPB, 2001.

OLIVEIRA,T. B. **Vestígios cerâmicos da Paraíba.** Diário da Borborema, Campina Grande, p A2, 30 de mar. 2006.

PALMER, L.A. **Volume changes in brick masonry materials.** J. Am. Ceram. Soc., 14 541, 1931.

PEREIRA, H.R. **Estudo de composição de argilas naturais com diferentes teores de cálcio para utilização em revestimentos cerâmicos e seus efeitos na expansão por umidade.** Dissertação de Mestrado. 91f. Universidade Federal da Paraíba. Campina Grande-PB, 2002.

PUREZA, J.C.; VICENZI, J.; BERGMANN, C.P. **Utilização de resíduos de baixa granulometria como matéria-prima na produção de cerâmica vermelha: Considerações quanto aos mecanismos de sinterização.** Cerâmica industrial, 12 (3) Maio/junho, 2007. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <fev. 2008>.

RADO, P. J. Brit. Ceram. Soc. 70, (1971) 131-39.

RAPOSO, A.E. **Influência da temperatura e da metodologia de indução na determinação da expansão por umidade em placas cerâmicas para revestimentos.** Dissertação de Mestrado. 73f. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB, 2003.

RIBEIRO, M.J.; FERREIRA, A.A.L.; LABRINCHA, J.A. **Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas.** Cerâmica industrial, 8 (1) Jan/Fev., 2003. Disponível em: <[http:// www.ceramicaindustrial.org.br](http://www.ceramicaindustrial.org.br)>. Acesso em: <fev. 2008>.

RICHERSON, D.W. **Modern ceramic engineering. Properties, processing and use in design.** second edition. New York, 1992.

ROBINSON, G.C. **The reversibility of moisture expansion.** J. Am. Ceram. Soc. ,Bull. 64 (05), 712, 1985.

SANTANA, L.N.L. **Aplicação do processamento viscoplástico para a obtenção de placas cerâmicas laminadas.** Tese de Doutorado. 133f. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC, 2002.

SCHURECHT, H.G. e POLE, G.R. **Effect of water in expanding ceramic bodies of different compositions.** J. Am. Ceram. Soc., 12 (9) 596, 1928.

SEGADÃES. A.M.; CARVALHO, M.A.; FERREIRA, H.C. **Moisture expansion interpreted in terms of phase equilibrium diagrams.** J. Am. Ceram. Soc. ,Bull, 2003.

SINGER, F. e SINGER, S.S. **Industrial ceramics.** Chapman and hall. London, 1971.

- SMITH, A.N. Moisture expansion of structural ceramics. Brit. Ceram. Trans., 54 (5) 300, 1955.
- SOUZA SANTOS, P. **Ciência e tecnologia das argilas**. São Paulo-SP ,Vol. 1 e 2. Editora Edgard Blucher, 1992.
- STANDARDS ASSOCIATION OF AUSTRALIAN, AS 1226.5. **Methods of sampling and testing clay building bricks, method for determining characterist expansion**. 1984.
- THIEMECKE, H. **Thermal and moisture expansion of kaolins and bodies fired to different temperatures**. J. Am. Ceram. Soc., 23 (2) 69, 1941.
- TREISCHEL, C.C. **Ceramic age**. 25, 2 (1935) 46.
- UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS. **Normas para elaboração de dissertação de mestrado e tese de doutorado**. São Carlos-SP, 2002.
- U.S. FEDERAL SPECIFICATION. **Tile, floor, wall and trin units**. Ceramic, SS-T-308b, 1959.
- VERÇOSA, E.J. **Materiais de construção**. Porto Alegre-RS. Editora Sagra, 2001.
- VIEIRA, C.M.F.; HOLANDA, J.N.F.; PINATTI, D.G. **Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos de Goytacazes- RJ**. Cerâmica, v.46, n° 297, 2000, 15-18p.
- VIEIRA, C.M.F.; SALES, H.F.; MONTEIRO, S.N. Efeito da adição de argila fundente ilítica em cerâmica vermelha de argilas cauliníticas. Cerâmica, v.50, n° 315, 2004, 239-246p.
- WARSHAW, S. ; SEIDER, R.J. **Triaxial porcelains- strength and microstructural relations, in Ceramic Microstructures**. Editado por Fulrath, R.M. e Pask, J.A.; Robert E. Krieger, Huntington, 1976. 1008 p.
- YOUNG, J.E.; BROWNELL, W.E. **Moisture expansion of clay products**. J. Am. Ceram. Soc., 42 571, 1959.
- ZANDONADI, A.R.; JORDÃO, M.A.P. **Informações técnicas sobre cerâmica**. Anuário Brasileiro de Cerâmica, ABC, São Paulo-SP, 2002.

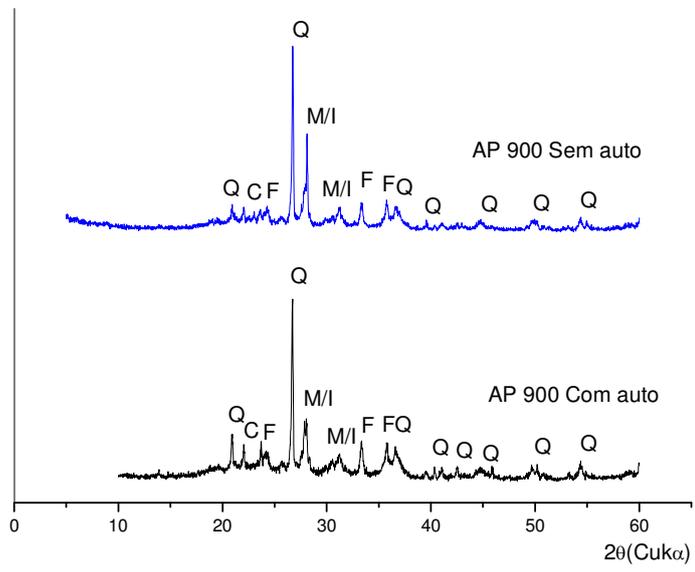
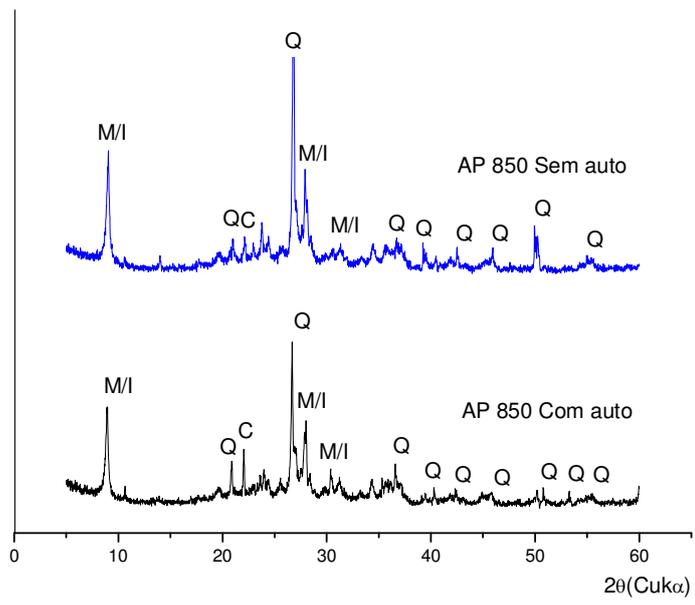
**ZAUBERAS, R.T. Estudo da influência do teor e distribuição de tamanho de partículas do quartzo nas propriedades de placas cerâmicas monoporosas.** Dissertação de Mestrado. 105f. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC, 1999.

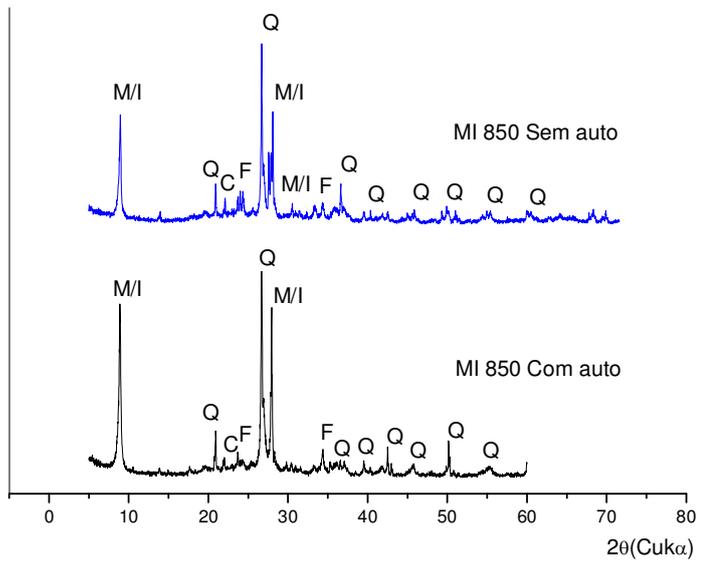
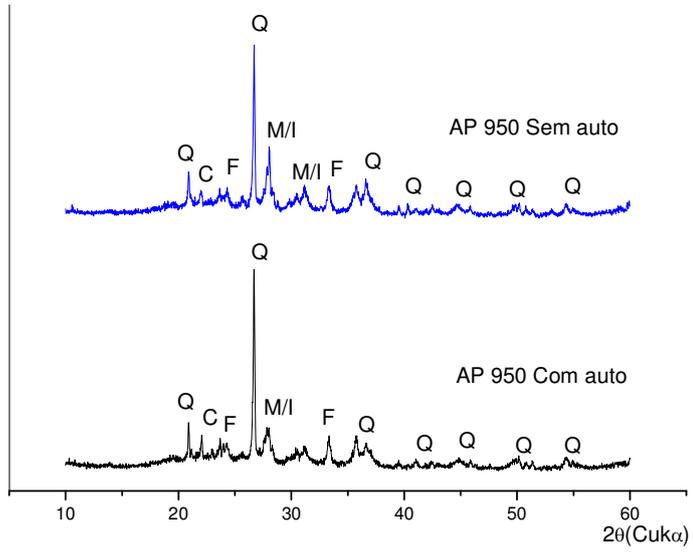
**ZAUBERAS, R.T.; RIELLA, H.G. Defeitos de queima causados pelo quartzo em monoporosas.** Cerâmica industrial, 6 (2) Mar/Abr, 2001. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br>>. Acesso em: <mar. 2008>.

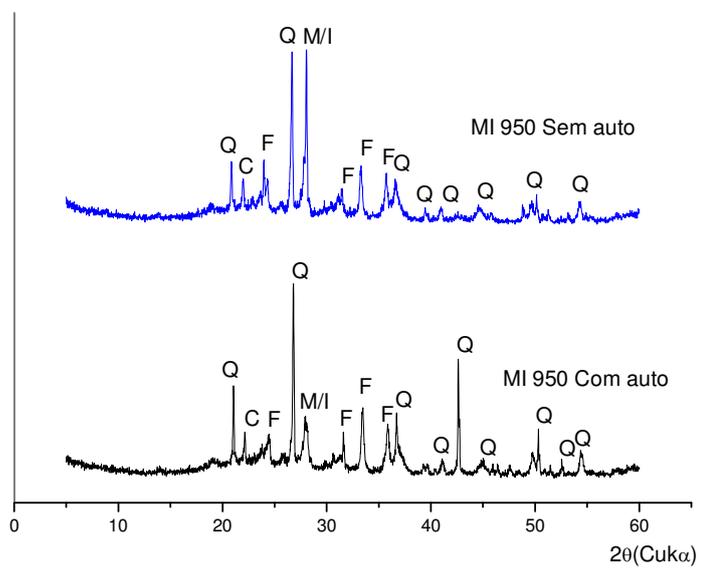
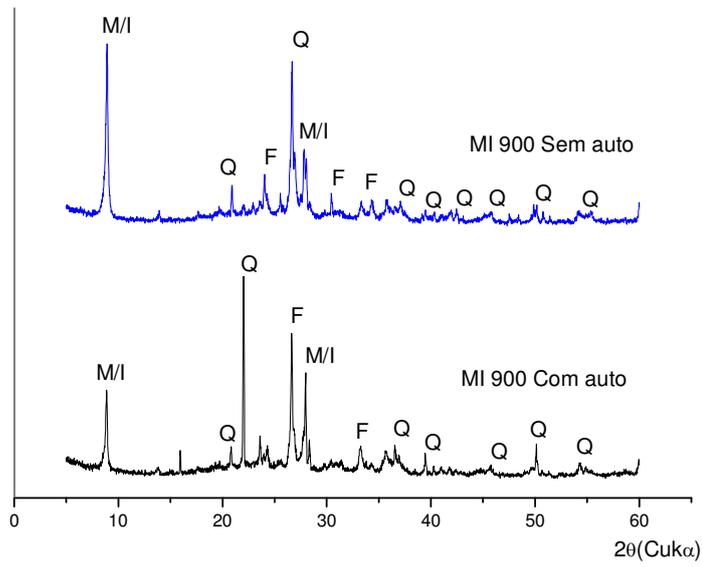
**ZSOLNAY, L.M. Investigations on crazing, I-III, I. Delayed thermal contraction and crazing of ceramic glazes; II. Autoclave test results on crazing of sanitary ware and wall tile; III. Backing cement and crazing of wall tile.** J. Am. Ceram. Soc., 29 200, 1946.

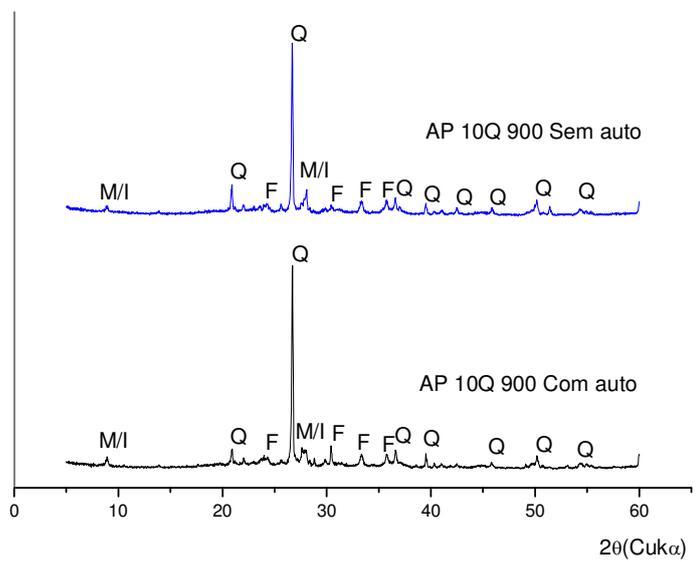
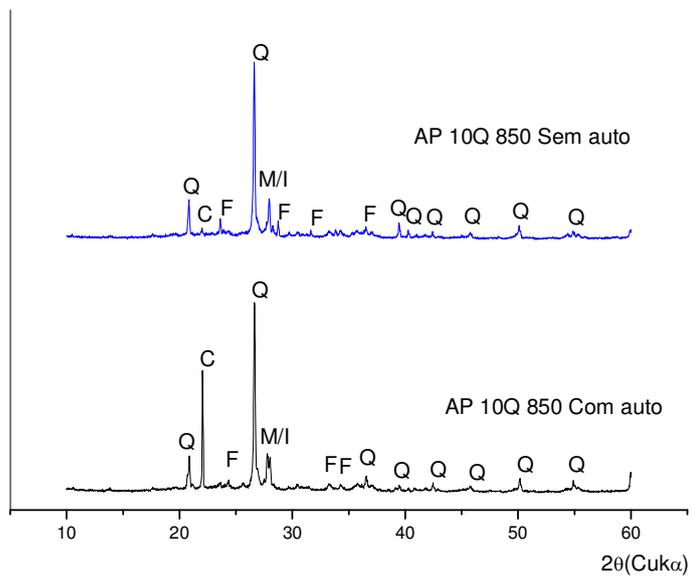
## **APÊNDICE A**

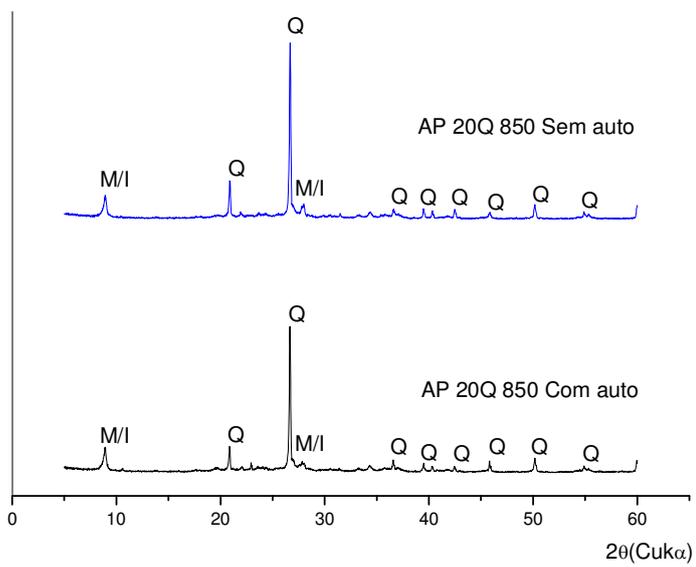
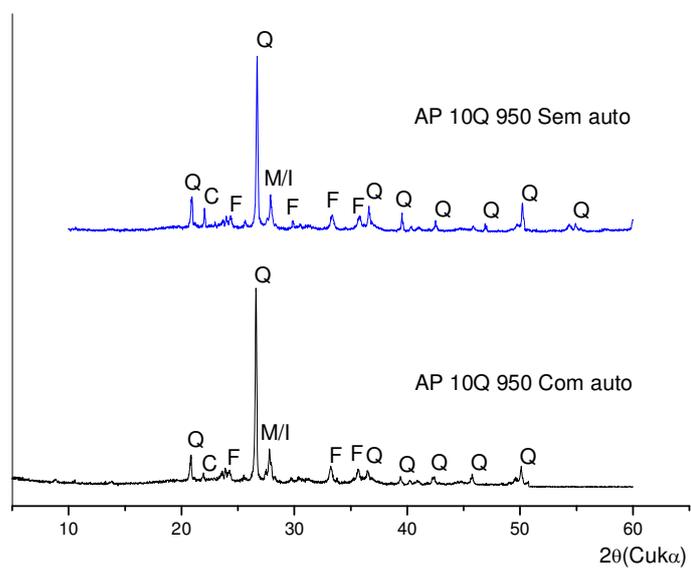
Difratogramas de raios X construídos com base nos resultados dos ensaios laboratoriais.

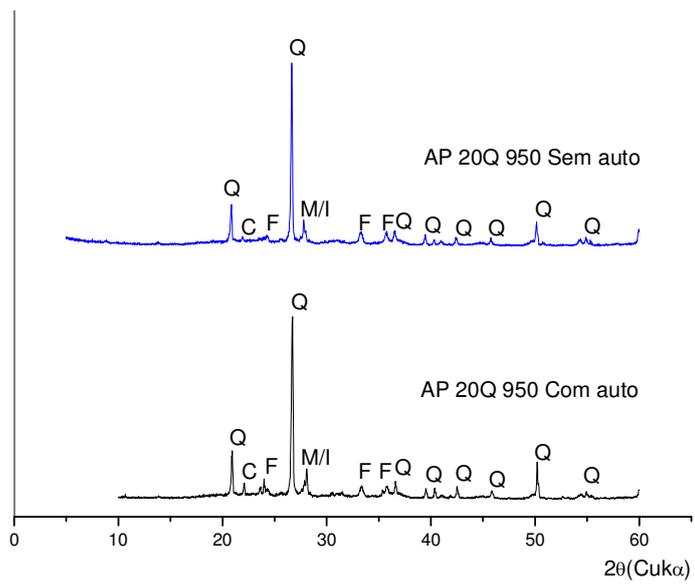
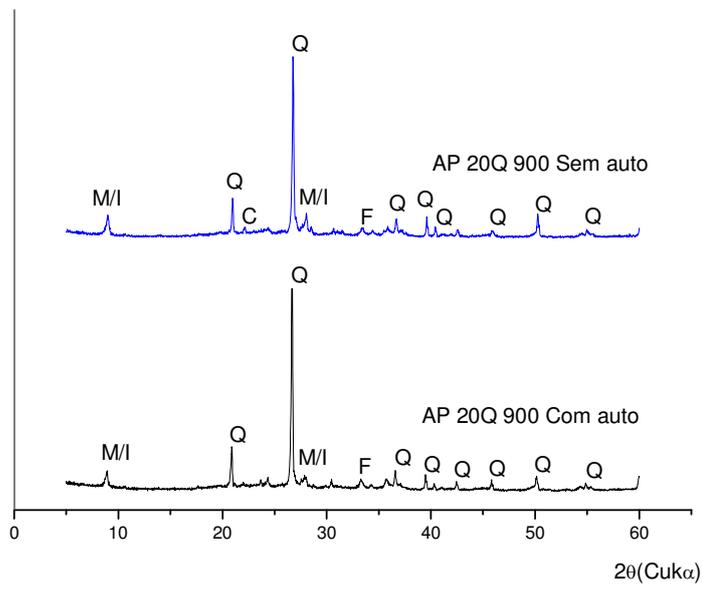


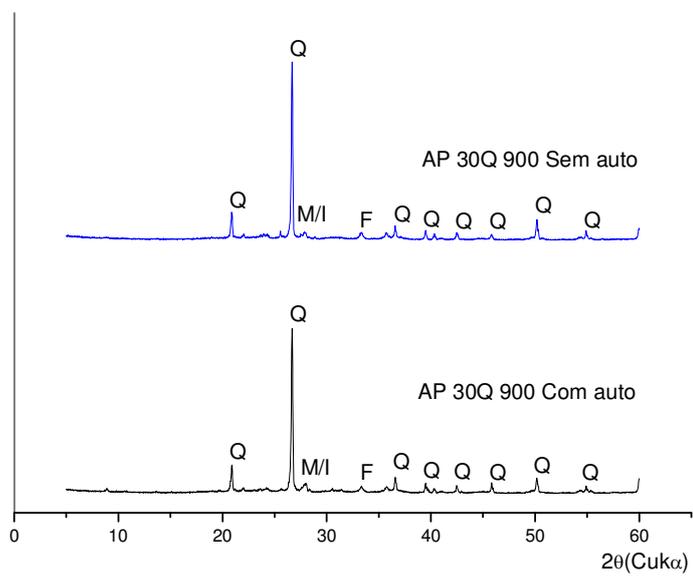
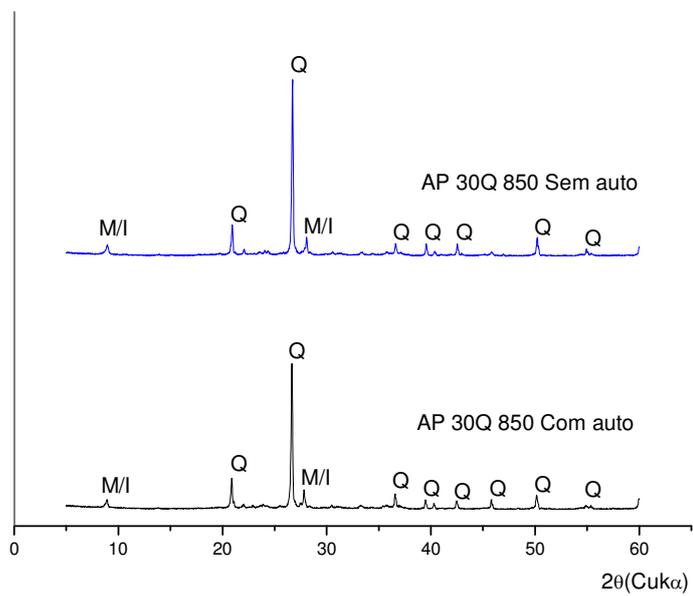


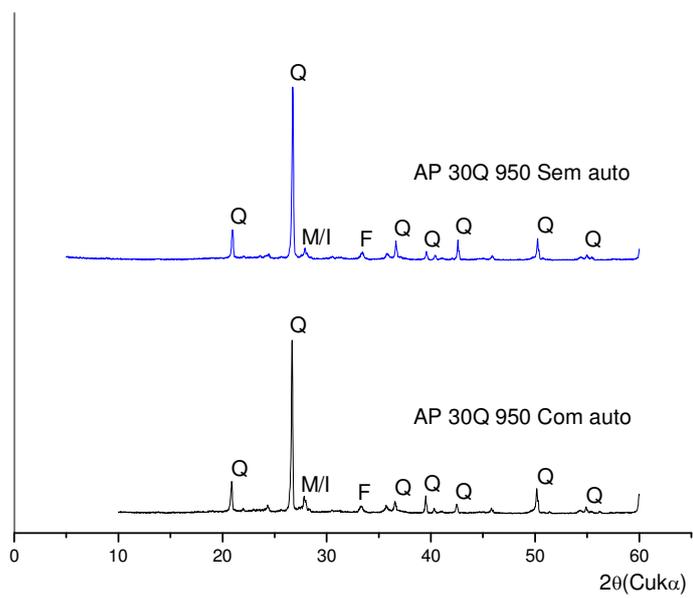












## **APÊNDICE B**

### **Correlações**

