



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**



TESE DE DOUTORADO

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM PEÇAS CERÂMICAS
OBTIDAS COM MASSAS ALTERNATIVAS CONTENDO RESÍDUOS DE
GRANITO E CAULIM**

ANA MARIA GONÇALVES DUARTE MENDONÇA

Campina Grande-PB
Fevereiro/2012

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM PEÇAS CERÂMICAS
OBTIDAS COM MASSAS CERAMICAS ALTERNATIVAS CONTENDO
RESÍDUOS DE GRANITO E CAULIM**

Ana Maria Gonçalves Duarte Mendonça

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) em cumprimento as exigências para obtenção do título de DOUTOR EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Gelmires de Araújo Neves

Co-orientador: Dr(a). Lisiane Navarro de Lima Santana

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande
Fevereiro/2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

M539e Mendonça, Ana Maria Gonçalves Duarte
Estudo da expansão por umidade (EPU) em peças cerâmicas obtidas com massas cerâmicas alternativas contendo resíduos de granito e caulim / Ana Maria Gonçalves Duarte Mendonça. – Campina Grande, 2012.
96 f.: il.

Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Orientador: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves e Prof. Dr. Lisiane Navarro de Lima Santana.

Referências.

1. Expansão por Umidade. 2. Resíduos. 3. Peças Cerâmicas. I. Título.

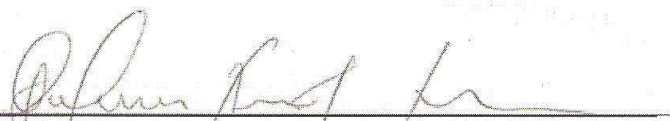
CDU 666.321 (043)

**ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM PEÇAS CERÂMICAS
OBTIDAS COM MASSAS CERAMICAS ALTERNATIVAS CONTENDO
RESÍDUOS DE GRANITO E CAULIM**

Ana Maria Gonçalves Duarte Mendonça

Tese aprovada em 15 de Fevereiro de 2012, pela banca examinadora
constituída dos seguintes membros:

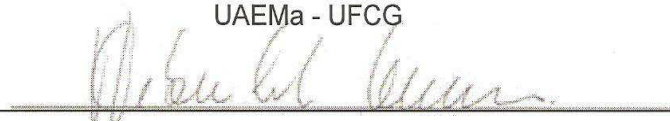
Banca Examinadora:



Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves
Orientador
UAEMa - UFCG



Prof.ª Dr.ª Lisiane Navarro de Lima Santana
Co-orientadora
UAEMa - UFCG



Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira
Examinador Interno
UAEMa - UFCG



Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes
Examinador Externo
DEMA/CT/UFPB



Prof.ª Dr.ª Lizabetha Fernanda Araújo Campos
Examinador Externo
DEMA/CT/UFPB

Recomeçar...

Sempre é tempo de recomeçar.

Em qualquer situação podemos abrir novas portas, conhecer novos lugares, novas pessoas, ter outros sonhos.

Renovar o nosso compromisso com a vida e assim, renascer para a vida e alcançar a felicidade.

Não importa quem te feriu, o importante é que você ficou.

Não interessa o que te faltou, tudo pode ser conquistado.

Não se ligue em quem te traiu, você foi fiel.

Não se lamente por quem se foi, cada um tem seu tempo.

Não reclame da dor, ela é a conselheira que nos chama de volta ao caminho.

Não se espante com as pessoas, cada um carrega dentro de si, dores e marcas que alteram o seu comportamento, ora estamos felizes e transbordamos de alegria e paz, ora estamos melancólicos e só queremos ficar sozinhos...

O mundo está cheio de novas oportunidades, basta olhar para a terra depois da chuva. Veja quantas plantinhas estão surgindo, como o verde se espalha mais bonito e forte depois da tempestade.

As portas se abrem para os que não têm medo de enfrentar as adversidades da vida, para os que caíram, mas se levantam com o brilho de vitória nos olhos.

Todo o caminho tem duas mãos, uma que seguimos ainda com passos inseguros, com medo, porque não sabemos ainda o que vamos encontrar lá na frente, na volta, mesmo derrotados, já sabemos o que tem no caminho, e quando um dia, resolvemos enfrentar os nossos medos e fazer essa viagem novamente, somos mais fortes, nossos passos são mais firmes, já sabemos onde e como chegar ao destino, o destino é a vitória.

Autor: (Desconhecido).

A Deus pelas bênçãos e proteção.

Aos meus filhos Igor Emanuel e Ilina Letícia, pelo amor e compreensão.

Ao meu esposo Joelson pela força e incentivo.

Ao meu pai Manoel Duarte, pelos ensinamos, apoio e reconhecimento.

Dedico.

VITAE DO AUTOR

- Licenciatura Plena em Química pela UEPB (2000).
- Mestre em Engenharia de Materiais pela UFCG (2007).

AGRADECIMENTOS

A Deus, por iluminar meus caminhos, para que eu alcançasse mais esta importante conquista em minha vida.

Especialmente aos meus filhos Igor Emanuel e Iliana Letícia e ao meu esposo Joelson, por todo apoio, incentivo e companheirismo nesta caminhada, que souberam ter paciência e compreensão de minha ausência.

Aos meus pais Manoel Duarte e Doralice, e aos meus irmãos e sobrinhos que sempre torceram pelo meu sucesso.

Ao meu orientador professor *Gelmires de Araújo Neves* pelo apoio, compreensão e orientação neste trabalho científico.

Com uma menção especial, os meus agradecimentos a professora Dr^a. *Lisiane Navarro de Lima Santana*, pelo seu incondicional apoio, disponibilidade e orientação pela compreensão nos momentos difíceis e pelo incentivo desde o mestrado.

Ao professor Dr. Romualdo Rodrigues Menezes e a Dr^a. Lizzandra Fernanda Araujo Campos pelas sugestões, orientações e disponibilidade para esclarecimento de dúvidas.

A professora Crislene Rodrigues Silva Moraes pela amizade, dedicação e pelo apoio no desenvolvimento do estágio docência.

Aos amigos que sempre estiveram presentes, Alexandra, Suellen, Izabelle, Wilma, Fernando, Josileido, Andréia, Juliana, Kegenaldo, Daniele, Maria Luiza, Augusto, Flavia e Bartolomeu pelas sugestões, idéias, apoio e amizade recebida.

Ao meu grande e inesquecível amigo José de Jesus Cavalcante A. Neto (in mermorian) pelo estímulo e incentivo para continuidade dos estudos.

A todos que fazem o Laboratório de Reciclagem, meus sinceros agradecimentos.

A CAPES, pelo apoio financeiro.

ESTUDO DA EXPANSÃO POR UMIDADE (EPU) EM PEÇAS CERÂMICAS OBTIDAS COM MASSAS ALTERNATIVAS CONTENDO RESÍDUOS DE GRANITO E CAULIM

Resumo

EPU é o fenômeno sofrido por materiais cerâmicos quando em contato com a água na forma líquida ou de vapor. Essa expansão deve-se à adsorção de água superficial em fases vítreas e amorfas e cristalinas, ocasionando o aumento das dimensões e o gretamento das peças, comprometendo a estrutura e podendo chegar ao colapso. Neste estudo utilizou-se massas incorporadas com resíduos de caulim e de granito na preparação de blocos e revestimentos cerâmicos, objetivando estudar a EPU. As matérias-primas foram beneficiadas e submetidas às caracterizações físicas e mineralógicas. Em seguida, foram formuladas composições utilizando planejamento experimental e os corpos de prova foram conformados por prensagem uniaxial e por extrusão e queimados nas temperaturas de 800^o, 900^o e 1000^oC, para os blocos e 1125^oC, 1150^oC para os revestimentos. Após queima, os corpos-de-prova foram submetidos à determinação das propriedades físico-mecânicas, para determinar as seguintes propriedades: absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente e módulo de ruptura à flexão e foram submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão. Os resultados mostraram que os resíduos de caulim e de granito apresentam características similares às matérias-primas cerâmicas convencionais não plásticas e os corpos cerâmicos da composição com maior teor de resíduo de granito apresentou uma tendência a reduzir a EPU, especialmente a temperaturas acima de 1000^oC, enquanto aqueles com maior teor de resíduo de caulim proporcionaram valores de EPU mais elevados, principalmente a temperaturas mais baixas.

Palavras-chave: Expansão por umidade, resíduos, peças cerâmicas.

**STUDY OF THE MOISTURE OF EXPANSION (ME) CERAMIC PARTS
OBTAINED WITH PASTA CONTAINING ALTERNATIVE WASTE OF
GRANITE AND KAOLIN**

ABSTRACT

ME is the phenomenon experienced by ceramic materials when in contact with water in liquid or vapor. This increase is due to the adsorption of surface water in stages and glassy amorphous and crystalline, increases the dimensions of the parts and gretamento, compromising the structure and reaching to collapse. In this study we used mass incorporated with waste from kaolin and granite in the preparation of ceramic bricks and tiles, in order to study the EPU. The raw materials were processed and submitted to physical and mineralogical characterization. Were then formulated compositions using experimental design and the specimens were uniaxially pressed and extruded and fired at temperatures of 800^o, 900^o and 1000^oC, for blocks and 1125^oC, 1150^oC for the coatings. After firing, the bodies of the test piece was subjected to determination of physical-mechanical properties, to determine the following properties: water absorption, apparent porosity, apparent density and modulus of rupture and underwent induction by autoclaving, boiling and immersion. The results showed that the residues of kaolin and granite have characteristics similar to conventional ceramic materials and non-plastic composition of the ceramic bodies with a higher content of granite residue had a tendency to reduce the moisture expansion, especially at temperatures above 1000^oC, whereas those with higher levels of kaolin waste provided EPU values higher, especially at lower temperatures.

Keywords: Moisture expansion, waste, ceramic.

PUBLICAÇÕES

G. A. NEVES, A. M. G. D. MENDONÇA, L. N. L. SANTANA, H. L. LIRA, H. C. FERREIRA. Expansão por umidade de blocos cerâmicos produzidos com resíduos de caulim e granito. In: IV CLECV- Congresso Luso – Espanhol de Cerâmica e Vidro, Aveiro-Portugal, Novembro/2011.

A. M. G. D. MENDONÇA, J. M. CARTAXO, R. R. MENEZES, L. N. L. SANTANA, G. A. NEVES, H. C. Ferreira. Expansão por umidade de revestimento cerâmicos incorporados com resíduos de granito e caulim. Aceito, Cerâmica, Referência: 1601, 2011.

MENDONÇA, A.M.G.D.; NEVES, G. A.; CHAVES, A. C.; OLIVEIRA, D. N.S. Estudo da Expansão por Umidade Através de Indução pelo Método de Autoclavagem em Blocos Cerâmicos Obtidos a partir de Massas Incorporadas com Resíduos de Caulim e Granito. Cerâmica Industrial (Impresso), v. 16, p. 35-39, 2011

MENDONCA, A. M. G. D.; CHAVES, A. C.; LISBOA, S. D. ; Oliveira. D.N.S. ; NEVES, G. A. ; SANTANA, L. N. L. Study of moisture expansion of ceramic tiles from mass incorporated with granite an kaolin residues. In: 18th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials, 2011, Gijón. BOOK OF ABSTRACT, 2011. v. 1. p. 134-134.

MENDONÇA, A. M. G. D. ; SANTANA, L. N. L. ; MENEZES, R. R.; CAMPOS, L. F. A. ; NEVES, G. A. Estudo da EPU em peças cerâmicas obtidas com massas incorporadas com resíduos de caulim e granito. In: 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais – CBECiMat, Novembro/2010, Campos do Jordão , SP, Brasil,.

MENDONÇA, A. M. G. D.; NEVES, G. A.; SANTANA, L.N.; DIAS, S. L. ; CARTAXO, J. M. Estudo de EPU em Peças Cerâmicas Incorporadas com Resíduos de Caulim e Granito. In: II Simpósio Nordestino de Resíduos Sólidos, 2010, Campina Grande. Gestão e Tecnologias de Reciclagem, 2010.

MENDONÇA, A. M. G. D. ; NEVES, G. A.; SANTANA, L. N.; DIAS, S. L.; CARTAXO, J. M. Efeito da composição e da temperatura de queima na EPU de blocos cerâmicos incorporados com resíduos de caulim e de granito. In: II Simpósio Nordestino de Resíduos Sólidos, 2010, Campina Grande. Gestão e Tecnologias de Reciclagem, 2010.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	i
RESUMO	ii
ABSTRACT	iii
PUBLICAÇÕES.....	iv
SUMÁRIO	vi
ÍNDICE DE TABELAS.....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	x
SIMBOLOGIA E ABREVIATURAS	xii
Capítulo 1 – Introdução	01
Capítulo 2 – Objetivos	03
2.1 Objetivo geral	03
2.2 Objetivos específicos	03
Capítulo 3 – Revisão Bibliográfica	04
3.1 Origem da EPU.....	05
3.2 Determinação da EPU	07
3.3 Influência da composição e da temperatura de queima	11
3.4 Relação entre a porosidade e a área específica	14
3.5 Relação com a absorção de água	15
3.6 Trabalhos envolvendo o estudo da EPU.....	17
3.7 Considerações sobre os resíduos de caulim e de granito	19
3.7.1 Resíduos de caulim	19
3.7.2 Resíduos de granito	20
3.8 Incorporação de resíduos de caulim e granito em massas cerâmicas.....	22
3.9 Considerações sobre o efeito da adição de resíduos de caulim e granito sobre a EPU	25
Capítulo 4 – Materiais e Métodos	27
4.1 Materiais	27

4.2 Metodologia.....	27
4.2.1 Coleta e preparação das amostras	27
4.2.2 Composições	29
4.3 Caracterização dos resíduos de granito e caulim e das composições.....	30
4.3.1 Ensaio de caracterização	30
4.3.1.1 Análise granulométrica por difração a laser (AG) dos resíduos de granito e caulim	30
4.3.1.2 Análise química por fluorescência de raios-X (EDX) dos resíduos de granito e caulim	31
4.3.1.3 Análise termodiferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) dos resíduos de caulim e granito	31
4.3.1.4 Difração de raio x (DRX) dos resíduos de granito e caulim	31
4.4 Conformação dos corpos cerâmicos	31
4.4.1 Prensagem	31
4.4.2 Extrusão	32
4.5 Etapa de queima dos corpos cerâmicos	32
4.6 Propriedades físico-mecânicas	33
4.7 Ensaio de EPU realizados	33
4.8 Determinação da EPU	33
4.9 Microscopia eletrônica de varredura dos corpos cerâmicos das composições em estudo	34
Capítulo 5 – Resultados e Discussão	35
5.1 Caracterização dos resíduos de granito e caulim	35
5.1.1 Caracterização física dos resíduos de granito e caulim	35
5.1.2 Caracterização mineralógica dos resíduos de granito e caulim	36
5.1.2.1 Análise química por fluorescência de raio X (EDX) dos resíduos de granito e caulim	36
5.1.3 Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (TG) dos resíduos de granito e caulim	37

5.2 Caracterização das composições em estudo	39
5.2.1 Caracterização física das composições em estudo	39
5.2.2 Caracterização Mineralógica das composições em estudo	41
5.2.2.1 Análise química por fluorescência de raios X (EDX) de amostras das composições em estudo	41
5.2.2.2 Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (TG) de amostras das composições em estudo	44
5.3 Propriedades físico-mecânicas	47
5.3.1 Propriedades físico-mecânicas de corpos cerâmicos prensados	47
5.3.2 Propriedades físico-mecânicas de corpos cerâmicos extrudados	54
5.4 Determinação da EPU	61
5.4.1 EPU de corpos cerâmicos prensados	61
5.4.2 EPU para corpos cerâmicos extrudados	68
5.5 Correlação entre EPU e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos das composições em estudo.....	74
5.5.1 EPU versus tensão de ruptura a flexão para corpos cerâmicos das composições em estudo (prensagem)	74
5.5.2 EPU versus tensão de ruptura a flexão para corpos cerâmicos das composições em estudo (extrusão)	76
5.6 Microscopia eletrônica de varredura	79
5.6.1 Microscopia eletrônica de varredura (revestimentos)	79
5.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (blocos cerâmicos)	82
Capítulo 6 – Conclusões.....	86
Capítulo 7 – Sugestões para trabalhos futuros	87
Capítulo 8 – Referências.....	88

Índice de Tabelas

Tabela 4.1 – Composições obtidas através do planejamento em rede simplex {3,2} com ponto central	29
Tabela 4.2 – Composições empregadas nas formulações para produção de blocos e revestimentos cerâmicos visando minimizar a EPU	30
Tabela 5.1 – Distribuição do tamanho de partículas dos resíduos de granito e caulim	35
Tabela 5.2 – Composição química das amostras dos resíduos de granito e caulim	36
Tabela 5.3 – Distribuição do tamanho de partículas das composições em estudo.....	39
Tabela 5.4 – Composição química das formulações das composições em estudo	41

Índice de Figuras

Figura 4.1 - Fluxograma geral das etapas do trabalho.....	28
Figura 5.1 – Distribuição granulométrica das partículas dos resíduos de granito e caulim.....	35
Figura 5.2 – Difratoograma de raios X das amostras dos resíduos de granito e caulim	37
Figura 5.3(a,b) – Curvas de análise termogravimétricas e térmicas diferenciais dos resíduos de granito e caulim	38
Figura 5.4 – Distribuição granulométrica das partículas das composições em estudo.....	40
Figura 5.5 – Difratoograma de raios X das composições em estudo antes da sinterização	42
Figura 5.6 – Difratoograma de raios X das composições em estudo após queima a 1000°C	42
Figura 5.7 – Difratoograma de raios X das composições em estudo após queima a 1150°C.....	43
Figura 5.8 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial – Composição I.....	44
Figura 5.9 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial – Composição II.....	45
Figura 5.10 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial – Composição III.....	46
Figura 5.11 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos prensados das composições em estudo sem indução a EPU.....	47
Figura 5.12 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos prensados das composições em estudo após indução por autoclavagem	48
Figura 5.13 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos prensados das composições em estudo após indução por fervura	50
Figura 5.14 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos prensados das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.....	51
Figura 5.15 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos prensados da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.....	53
Figura 5.16 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos extrudados das composições em estudo sem indução a EPU.....	54
Figura 5.17 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos extrudados das composições em estudo após indução por autoclavagem.....	55
Figura 5.18 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos extrudados das composições em estudo após indução por fervura	57
Figura 5.19 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos extrudados das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.....	59
Figura 5.20 – Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos extrudados da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias...	61

Figura 5.21 – EPU para corpos cerâmicos prensados sem indução a EPU.....	61
Figura 5.22 – EPU para corpos cerâmicos prensados após indução por autoclavagem	63
Figura 5.23 – EPU para corpos cerâmicos prensados após indução por fervura	65
Figura 5.24 – EPU para corpos cerâmicos prensados após indução em imersão por 60 dias ..	67
Figura 5.25 – EPU para corpos cerâmicos extrudados sem indução a EPU.....	68
Figura 5.26 – EPU para corpos cerâmicos extrudados após indução por autoclavagem	69
Figura 5.27 – EPU para corpos cerâmicos extrudados após indução por fervura	71
Figura 5.28 – EPU para corpos cerâmicos extrudados após indução em imersão por 60 dias .	73
Figura 5.29(a) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos prensados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição I.....	74
Figura 5.29(b) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos prensados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição II.....	75
Figura 5.29(c) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos prensados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição III.....	76
Figura 5.30(a) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos extrudados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição I.....	77
Figura 5.30(b) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos extrudados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição II.....	77
Figura 5.30(c) – EPU versus TRF de corpos cerâmicos extrudados após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias - Composição III.....	78
Figura 5.31 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição I, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias(revestimentos).....	79
Figura 5.32 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição II, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias(revestimentos).....	80
Figura 5.33 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição III, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (revestimentos)	81
Figura 5.34 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição I, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (blocos cerâmicos).	82
Figura 5.35 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição II, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (blocos cerâmicos).	83
Figura 5.36 – Microscopia eletrônica de varredura de amostras da composição III, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (blocos cerâmicos).	84

Simbologia e Abreviaturas

Lista de Símbolos

Å – angstrom

mm – milímetros

MPa – megapascal

cm – centímetros

°C – grau Celsius

α – alfa

β – beta

μm – micrômetro

ml – mililitro

rpm – rotação por minuto

mg – miligrama

F – tensão de compressão

E – módulo de elasticidade

d – deformação

Lista de Abreviaturas

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ATG – análise térmica gravimétrica

ATD – análise térmica diferencial

AG – análise granulométrica

AQ – análise química

ASTM – American Society for Testing and Materials

DRX – difração de raios-X

EPU – expansão por umidade

AA – absorção de água

PF – perda ao fogo

ISO – International Organization for Standardization

PSI – Libra por polegada quadrada (pound per square inch)

MRF – módulo de ruptura a flexão

1.0 Introdução

A EPU é o termo geralmente utilizado para designar o aumento das dimensões dos materiais cerâmicos por adsorção de água, esse fenômeno ocorre lentamente e é relativamente pequena, mas, mesmo assim, pode comprometer a aderência das placas cerâmicas ao contrapiso, levar ao gretamento do vidrado e conduzir ao aparecimento de trincas em tijolos, caso as tensões geradas pela deformação contida nas peças excedam a resistência limite dos materiais (Menezes et al., 2003). Esta expansão tem início assim que a peça entra em contato com o meio ambiente na saída do forno, ocorre notadamente em tijolos, telhas e revestimentos cerâmicos.

Segundo Menezes et al. (2006), a determinação da EPU engloba três pontos distintos: a determinação da expansão natural do material, que é realizada através da medida do comprimento inicial do corpo cerâmico logo após sua saída do forno, e subseqüentes medições ao longo do tempo de exposição, em condições ambiente ou controlada; determinação da expansão já sofrida pelo corpo cerâmico e é determinada através da medida do comprimento inicial do corpo, requeima do material e nova medição; e determinação da expansão futura (ou em potencial) do material, que é em geral obtida após exposição de peças cerâmicas requeimadas ou recém saídas do forno a um ensaio de autoclavagem, fervura ou exposição ao vapor, e tem por fim tentar prever a expansão em potencial do produto através de um ensaio em condições mais severas que a ambiente e em um curto intervalo de tempo.

A EPU começou a ser discutida na literatura cerâmica na década de 20, e desde então muitos estudos foram realizados analisando suas causas, bem como a influência da composição química, temperatura de queima e características microestruturais dos materiais cerâmicos.

Alguns trabalhos, como os de Smith, Cornell e Cole (1955), evidenciaram que a superfície de um sólido possui o que para os líquidos é chamada de tensão superficial, e isto é responsável por uma compressão para o interior do sólido e que, quando a água ou outro líquido é adsorvido, esta

adsorção reduz a energia superficial do sólido e conseqüentemente a sua compressão interna, ocorrendo à expansão do sólido (EPU). As fases amorfas são as mais reativas frente à umidade e, por conseguinte mais susceptíveis de provocarem elevada EPU no corpo cerâmico, enquanto que as fases vítreas e cristalinas são, nesta ordem, menos reativas a umidade.

A EPU dos corpos cerâmicos está diretamente associada a sua formulação e processamento quando se faz uso de “baixas” temperaturas de queima, a grande maioria do material amorfo presente nas massas cerâmicas é proveniente de reações de decomposição do material argiloso ou de reações entre os demais constituinte, sendo o grande responsável pela EPU.

Os estudos relacionados a tal fenômeno expansivo estão voltados à produção de materiais cerâmicos de revestimento utilizando massas cerâmicas convencionais. No entanto, materiais cerâmicos alternativos resultantes da incorporação dos resíduos do caulim e de granito não têm sua vida útil avaliada em relação ao fenômeno da EPU, o que se constitui num aspecto a ser estudado pra que se tenha um completo domínio da influencia das matérias-primas cerâmicas alternativas no desenvolvimento deste fenômeno que vem a prejudicar a vida útil das construções civis que utilizam estes materiais alternativos.

Nos últimos anos diversos trabalhos têm sido realizados com resíduos para utilização como matéria-prima cerâmica na produção de blocos, telhas e revestimentos. Dentre eles podemos destacar: Menezes et al., (2007), Mendonça (2007), Silva (2007), Castro (2008), Rezende et al., (2008), Lisboa (2009), Medeiros(2008), Andrade(2009).

A indústria cerâmica, particularmente o setor voltado para a fabricação de produtos da construção civil, tem sido alvo da incorporação de resíduos industriais. Alguns resíduos possuem composição similar às matérias-primas naturais utilizadas na indústria cerâmica e frequentemente contém materiais, que além de serem compatíveis, também beneficiam o processo de fabricação.

2.0 Objetivos

2.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo estudar a EPU de peças cerâmicas obtidas com massas contendo resíduos do beneficiamento do caulim e da serragem de granito.

2.2 Objetivos Específicos

- caracterizar física e mineralogicamente as matérias primas convencionais e as alternativas (resíduos de caulim e da serragem de granito);
- caracterizar tecnologicamente, através das propriedades físico-mecânicas, à incorporação dos resíduos como matéria-prima alternativa para o desenvolvimento de blocos e revestimentos alternativos antes e após a indução da EPU;
- estudar a EPU por imersão, fervura e autoclavagem;
- verificar a influência da composição das massas e da temperatura de queima na EPU dos produtos alternativos obtidos;
- analisar a microestrutura dos corpos cerâmicos após a indução a EPU.

3.0 Revisão Bibliográfica

A EPU consiste na expansão sofrida por alguns materiais cerâmicos quando em contato com água na forma líquida ou de vapor (Smith, 1955; Medeiros, 2009). Essa expansão deve-se à adsorção de água superficial em fases vítreas e amorfas, cujo efeito mais evidente é o aumento das dimensões dos materiais cerâmicos, podendo levar ao gretamento de peças esmaltadas e ao comprometimento estrutural dos corpos cerâmicos, caso as tensões internas geradas pelo aumento descontrolado do seu volume exceda o limite da sua resistência mecânica (Smith, 1995; Andrade et al., 2009). No caso de blocos cerâmicos pode-se ter o aparecimento de trincas em alvenarias ou mesmo danos estruturais severos.

Segundo Menezes et al. (2005) quando a deformação oriunda da EPU é contida, ocorre a geração de uma tensão, que de acordo com a lei de Hooke, é diretamente proporcional ao módulo de elasticidade do material e à variação dimensional do material, tal como indicado na equação (A):

$$F = E.d \quad (A)$$

Onde:

F é a tensão de compressão em MPa;

E, o módulo de elasticidade da cerâmica em MPa, e

d, a deformação da cerâmica em cm/cm (EPU).

Como o módulo de elasticidade, E, da cerâmica varia entre 30000 e 70000 MPa, e a EPU, d, varia em geral entre zero e 0,001cm/cm (1mm/m), avaliam os especialistas, que seu produto, ou seja, o esforço F, nunca pode superar 35 MPa, já que, quanto maior o módulo E, menor a deformação, mesmo que a deformação do conjunto de peças seja totalmente contida.

Porém, 40 a 60% desse esforço (em projetos ortodoxos) são absorvidos pela própria cerâmica e seu rejunte (no caso de revestimentos, já no caso das alvenarias, a argamassa e o cimento teriam essa função), devido às suas elasticidades ou compressibilidades. A argamassa de assentamento

trabalhando à tração absorve mais uma parte, de modo que o esforço líquido residual atuante sobre a capa cerâmica não ultrapassa 18 MPa, tal como reconhecem os estudiosos da matéria. Esta é a grandeza do esforço que precisa ser anulada para que a capa cerâmica não “exploda” por flambagem, o fenômeno conhecido por levantamento, destacamento, estufamento, ou “pop up”. Vale salientar que estudos advogam que até 70% do esforço devido a EPU do corpo cerâmico pode ser absorvido apenas pela própria cerâmica e o rejunte (Menezes et al., 2006a).

Sabendo o esforço, pode-se estimar a EPU máxima que pode ocorrer para que não haja possíveis danos ao material cerâmico. Se por segurança tomamos um módulo, E , bem baixo, digamos, 30000 MPa, deduzimos que a deformação será:

$$d = 18 / 30000 = 0,0006 \text{ cm/cm} = 0,6 \text{ mm/m}$$

Ressalta-se que a EPU de peças cerâmicas não é um fenômeno que necessariamente conduz a falhas ou danos, e sim, que existe uma grande margem de segurança que varia muito de projeto para projeto. Portanto, a deformação indicada acima é apenas uma referência acerca da referida expansão. Além disso, a EPU de blocos e placas de revestimento é apenas um dos vários fatores que contribuem para o movimento diferencial total da estrutura, os outros são; movimento térmico na alvenaria, retração da argamassa, movimento térmico da estrutura de suporte, fluência, retração no concreto e contrações elásticas. Em casos típicos de EPU, esta pode representar até 15% do total do movimento diferencial.

3.1 Origem da EPU

Os átomos na superfície de um corpo sólido se situam em um nível de energia mais elevado do que o dos átomos que se encontram no seu interior,

pois, ao contrário do que ocorre com estes últimos, os átomos da superfície não estão quimicamente ligados a átomos vizinhos. Considerando ainda, que na busca pelo seu estado de equilíbrio os átomos da superfície, para compensar o acúmulo de energia, passam a exercer uma compressão sobre os átomos do interior de corpo sólido, diante da coerência em se admitir a grande intensidade de valências insatisfeitas na superfície, aceitam que as tensões geradas pela água aí adsorvida invertem o sentido do estado de compressão interna e dão origem a um comportamento elástico, o que contribui para o surgimento da EPU (Segadães et al.,2003).

Menezes et al. (2003) ratificam que a EPU é o produto da acessibilidade da água, da energia específica, do módulo elástico e das fases presentes na microestrutura do corpo analisado, e recordam que os produtos cerâmicos são constituídos pelas fases amorfas, cristalinas e vítreas, a propósito, que:

- os materiais amorfos sempre têm uma grande área específica, a exemplo da sílica amorfa, constituinte comum em cerâmicas tradicionais, e elevada energia superficial, contribuindo em muito para a EPU;

- os materiais cristalinos têm área específica menor que a dos amorfos, bem como poucas valências insaturadas na superfície;

- os materiais vítreos não possuem elevada superfície específica, apresentam energia superficial relativamente baixa, mas permitem a difusão dos íons modificadores de estrutura para a superfície; esses íons, quando lixiviados pela água, são removidos e substituídos por íons H^+ , ocorrendo a formação de superfícies semelhantes à dos materiais amorfos, e desta forma, surge a possibilidade de abertura de poros anteriormente selados, e daí o aumento de superfícies acessível à água (Smith, 1955).

Menezes et al. (2005) ainda comentam que os minerais que entram na composição das matérias-primas dos corpos cerâmicos contem água nas suas moléculas, a qual, no processo de queima, é volatilizada e, na continuação de tal processo, se verifica a formação de constituintes amorfos, vítreos e cristalinos. E após o processo de queima, e durante os anos que sucedem a

fabricação do corpo cerâmico, pode ocorrer a rehidratação por adsorção de água dos constituintes amorfos e vítreos.

Bauer & Rago (2000), a propósito de tal assunto, confirma que hidratação por adsorção provoca um aumento de volume dos compostos presentes, expandindo o corpo cerâmico.

3.2 Determinação da EPU

A determinação da expansão já sofrida pelo corpo cerâmico durante o período que esteve em uso, desde o processo de fabricação, é muito importante quando se deseja determinar se a falha do 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, é geralmente obtida através de ensaios acelerados, como fervura ou autoclavagem e tem por fim conhecer a expansão futura do produto nas condições de serviço e, por conseguinte, evitar falhas ou danos das peças quando já em uso (Medeiros, 2009).

Para Andrade (2009) a EPU natural é um processo extremamente lento, faz-se necessário o desenvolvimento de simulações laboratoriais, neste sentido, ao se acelerar tal ocorrência, são consideradas três acepções do referido fenômeno expansivo:

- EPU “atual”;
- EPU “potencial”, também designada por EPU “total”
- EPU “futura”.

A EPU “atual” caracteriza a efetiva expansão do corpo cerâmico desde a sua fabricação até o momento do seu emprego, e presta-se a mensuração da influência do referido fenômeno expansivo em falhas do produto acabado. Ela é devida á ação da umidade natural, e ocorre, de forma espontânea, desde a queima até o instante do início do ensaio.

A EPU “potencial” (ou EPU “total”) permite a previsão da expansão do corpo cerâmico desde a sua fabricação até o término do que se considere como a vida útil. Ela ocorre desde a queima até a conclusão do processo de envelhecimento, podendo este processo ocorrer de forma natural, muito lenta, ou através de processos acelerados em laboratório.

A EPU “futura” é considerada como a expansão que ocorre no corpo cerâmico desde um instante tomado como referência (normalmente o momento do seu emprego) até o término do que se considere a sua vida útil.

A determinação da EPU geralmente é feita através da medição do corpo de prova após ser submetido ao autoclave (AS 1226.5, ASTM, 1984) ou água fervente (ISO 10545-10, 1995 e ABNT 13818-J , 1997) ou a imersão em água. Estas normas sugerem que a EPU para blocos cerâmicos (tijolos) seja no máximo de 0,3mm/m (0,03%) e que a EPU máxima para revestimentos seja de 0,6mm/m (0,06%) respectivamente.

O ensaio de autoclave é largamente mencionado na literatura e muito utilizado na prática industrial. Este ensaio consiste em submeter às peças a condições extremamente severas, onde elas permanecem em contato com vapor d’água saturado a pressões e temperaturas elevadas. A norma ASTM C370-88 (Reapproved 2006), para revestimentos cerâmicos, propõe que este ensaio seja realizado a uma pressão de vapor saturado de 1,035MPa (~150Psi) durante o período de 5h.

O ensaio de fervura, também é muito utilizado na determinação da expansão futura de corpos cerâmicos, e consiste em submeter os corpos de prova a um período de fervura. A norma ISO 10545-10 (1995) para revestimentos cerâmicos, estabelece um período de 4 horas em que as peças devem permanecer imersas em água fervente.

O ensaio de imersão consiste em submeter os corpos de prova a imersão em água destilada por períodos de 30, 45, 60 ou 90 dias, e após secagem em ambiente natural será feita a determinação de sua EPU.

O ensaio de autoclavagem em temperaturas e pressões elevadas tem sido utilizado para a previsão da EPU após longos períodos de tempo, através da aceleração da expansão dos corpos cerâmicos. Contudo, a utilização do ensaio é posta à prova quando se analisa que a EPU é causada pela adsorção de água ao corpo, já que a adsorção é um fenômeno que é afetado por temperatura, pressão, tipo de vapor e natureza da superfície do sólido, sendo então imaginável que temperaturas e pressões bem acima das condições de serviço poderão fornecer dados de expansão não realísticos, no que se refere às condições ambiente (Menezes, 2001).

Existem evidências que em alguns casos ocorre um aumento progressivo da área específica interna com o tratamento em autoclave. A adsorção contínua da água na fase vítrea pode prosseguir por longos períodos de tempo, observando-se que uma dada quantidade de água absorvida em temperatura ambiente e através de tratamento em autoclave pode conduzir a variações de tamanhos diferentes. O que reforça a hipótese que os resultados de EPU obtidos por tratamento em autoclave podem ser inadequados como guias da expansão em condições ambiente (Menezes, 2001).

Na determinação da EPU, a dilatométrica é uma importante ferramenta na medição da EPU dos materiais cerâmicos, possibilitando uma melhora na precisão das determinações. Essa técnica vem sendo utilizada sistematicamente para determinação da EPU em empresas e laboratórios de pesquisa. Contudo, desde a década de 30 a expansão térmica é utilizada na determinação da EPU de materiais cerâmicos, tendo esta técnica adquirido maior evidência com o desenvolvimento de equipamentos que possibilitem uma maior precisão nos resultados (Campos, 2002).

A dilatométrica fornece informações valiosas a respeito de fenômenos susceptíveis de ocorrerem quando o material sob estudo é progressivamente aquecido, e em casos específicos, certas informações podem ser igualmente obtidas com o resfriamento da amostra depois do tratamento térmico.

As curvas dilatométricas registram as alterações dimensionais da amostra, sejam elas simplesmente ligadas aos valores dos coeficientes de dilatação (térmica), sejam devidas às variedades de fenômenos que podem ocorrer durante o aquecimento, entre os quais reações e transformações estruturais, sinterização, formação de fases viscosas ou líquidas, fluência e eliminação de constituintes.

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).

Assim, o ensaio de dilatométrica 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 do quartzo $\alpha \leftrightarrow \beta$ do quartzo. As expansões irreversíveis fazem-se evidentes na dilatométrica 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 (Medeiros, 2009).

Gomes et al. (2000), estudaram uma amostra de cerâmica vermelha visando o uso de dilatométrica em substituição aos métodos convencionais para determinação da expansão por umidade, bem como verificar a influencia da temperatura de execução do ensaio de dilatométrica no resultados de expansão por umidade em virtude de modificações microestruturais. Os resultados obtidos indicaram que a temperatura de execução do ensaio de dilatométrica da ordem de 500°C a 550°C tem pequena influencia nos resultados de EPU. Há necessidade de cuidados com a inversão do quartzo e que não sejam atingidas temperaturas nas quais são retomados os fenômenos de sinterização; e que a de 900°C, próxima da temperatura de queima das amostras originais pode ser considerada demasiadamente elevada como temperatura de requeima para determinação da EPU por dilatométrica, pois, neste caso, não é possível separar a 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 revestimento cerâmico é suficientemente fina para evitar os efeitos da inversão do quartzo.

3.3 Influência da composição e da temperatura de queima

O efeito da composição do corpo e a da temperatura de queima na expansão por umidade apontam que para uma dada composição a expansão diminui com o aumento da temperatura de queima. Todavia a relação entre a EPU e a temperatura é muito complexa e não pode ser expressa de uma forma geral (Esta relação varia de acordo com a composição e com a estrutura dos diferentes corpos cerâmicos) (Campos, 2002).

O resíduo de granito é constituído de SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O e CaO . Os óxidos alcalinos ($\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$), que atuam como agentes fundentes são provenientes principalmente da mica moscovita e feldspatos (Pereira, 2006).

Este resíduo é utilizado em composições cerâmicas em substituição aos feldspatos, matéria-prima natural usada em composições cerâmicas.

Medeiros (2009) comenta que Young e Brownell (1959) estudaram os efeitos da composição química de corpos argilosos sobre a EPU, e verificaram que:

- quanto maior a razão $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$, maior a EPU. 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. A adição de quartzo 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.

Quando o resíduo é adicionado à argila, a grande quantidade de sílica livre contribui para modificar a plasticidade e facilitar a extrusão dos artefatos de cerâmica e reduzir a resistência mecânica. O Al_2O_3 está provavelmente associado com a SiO_2 e óxidos alcalinos e alcalinos terrosos para formar as fases feldspáticas. A grande quantidade de óxidos alcalinos presentes no resíduo, promovem o potencial fundente, o que pode melhorar o processo de sinterização através da formação da fase líquida (Vieira et al., 2003).

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.

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 às 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.

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. Alterações como retração, densificação e redução da porosidade e superfície específica total ocorrem na queima (Medeiros, 2009).

No processo de queima os argilominerais presentes nas massas cerâmicas perdem íons hidroxila (radicais OH) de sua constituição e tem sua estrutura cristalina destruída, prosseguindo a queima, os constituintes amorfos originados formam, com o aumento da temperatura, compostos estáveis, que pouco contribuem para a expansão por umidade. Porém a baixas temperaturas de sinterização ou ciclos de sinterização muito curtos podem favorecer a permanência de alguns compostos resultantes dos argilominerais na fase amorfa. Devido a isto, corpos cerâmicos sinterizados em temperaturas mais altas tendem a apresentar menor EPU.

Menezes et al. (2006a) faz referencia aos materiais naturais, em especial as argilas, que, por apresentarem composição mineralógica complexa e estarem impregnadas de impurezas, em muito dificulta a análise de influências exercidas por cada uma de suas fases sobre a EPU. Por isso, afirmam os referidos pesquisadores, que em estudos laboratoriais é costume

utilizar géis puros de sílica e alumina, bem como géis de sílica e alumina co-precipitados, na tentativa de simular argilas isentas de impurezas.

3.4 Relação com a porosidade e a área específica

A ação da umidade depende diretamente da estrutura do corpo cerâmico. A relação entre EPU e porosidade aparente é uma correlação muito conveniente, por ser a porosidade um elemento estrutural importantíssimo. Entretanto a EPU não apresenta necessariamente uma relação diretamente proporcional com a porosidade (Campos, 2002).

A acessibilidade da água e o número de zonas potencialmente “hidratáveis” são determinados em grande parte pelos poros e pela área específica dos corpos ficando evidente que a contribuição mais importante, oriunda da microestrutura do material, sobre a EPU é o efeito combinado de porosidade e área específica (Campos, 2002).

Estudos evidenciaram que a porosidade e a área específica de corpos cerâmicos, quando sob a ação da água, não permanecem constantes com o decorrer do tempo de uso, o que dificulta a correlação entre essas características e a EPU. Alguns possíveis motivos destas variações com o tempo são: a característica de auto-geração de certa porção de volume de microporos, devido às forças de expansão provocadas pela água adsorvida, que promovem a abertura de poros anteriormente fechados, aumentando o volume total de poros; e a corrosão da fase vítrea pela água, aumentando a energia superficial da fase vítrea e abrindo poros antes fechados (Menezes, 2006b).

Outro motivo da variação da porosidade e da área específica com o tempo é a exposição a ciclos de congelamento, o que faz com que a porosidade aparente tenda a aumentar em pequena quantidade, havendo um aumento da quantidade de água adsorvida nessas condições. Este leve aumento de porosidade aparente é acompanhado por um pequeno aumento

das dimensões da peça, que será mais acentuada em peças que forem queimadas em temperaturas de maturação inadequadas (Campos, 2002).

Um das maiores dificuldades em relacionar a EPU de corpos cerâmicos com suas áreas específicas está em diferenciar a superfície interna que está associada a superfícies ativas e aquela que não está associada a superfícies ativas, dentro das condições de exposição. Assim é adequada a obtenção da distribuição das áreas superficiais internas de acordo com a distribuição de tamanhos, buscando relacionar estas distribuições com a EPU.

3.5 Relação com a absorção de água

Segundo Lira et al. (1997), a absorção de água reflete as transformações térmicas durante a queima dos corpos de prova e, para justificar tal afirmação, lembra que a redução da absorção de água é justamente o resultado da ação do aumento da temperatura de queima; a redução da absorção de água se dá como consequência de uma densificação do material, em decorrência da coalescência das partículas e formação da fase líquida, e esta, formada durante a sinterização, tem diminuída a sua viscosidade à medida que aumenta a temperatura, o que lhe permite preencher os vazios entre as partículas e reduzir a porosidade da peça. Corpos menos porosos apresentam diminuição de absorção de água, pois reduzem a sua porosidade.

A absorção de água é a quantidade de água que um corpo pode absorver em contato com umidade. O valor da absorção é expresso em porcentagem do aumento de massa do produto em relação à sua massa seca. A capacidade de absorção de água de uma peça cerâmica fornece um indicativo da porosidade aberta do produto, ou seja, o volume total de poros comunicados com o exterior e susceptíveis de serem preenchidos com um fluido à pressão atmosférica. A absorção de água também pode indicar o grau

de queima e de compactação interna do produto cerâmico e, por conseqüência, suas características mecânicas (Marras et al., 2000).

Menezes et al. (2006a) descrevem que Milne (1958), através de pesquisas com corpos de prova basicamente cauliniticos, sugeriu uma correlação linear e universal entre a EPU (após a autoclavagem) e a absorção de água, lembra também que pesquisas realizadas por Young e Brownell (1959), com corpos cerâmicos igualmente autoclavados e moldados com argilas predominantemente cauliniticas, indicaram uma tendência a constância da absorção de água até a temperatura de 900°C e apenas acima desta temperatura os referidos pesquisadores passaram a admitir a efetiva tendência preconizada por Milne (1958) relativa a linearidade entre a redução da absorção de água e a redução de EPU. Com tal constatação Young e Brownell (1959), concluíram que a correlação entre a absorção de água e a EPU não pode ser considerada como efetivo indicativo da EPU “potencial”, dada a interferência de temperatura de queima na correlação entre estes dois parâmetros (absorção de água versus EPU).

Um alto valor de absorção de água corresponde a uma estrutura porosa, enquanto que um corpo compacto possui uma baixa absorção de água. A porosidade aberta de um produto e, por conseqüência, a absorção de água, dependem da composição da massa, da densidade a verde, da distribuição granulométrica, da plasticidade de processamento, bem como das taxas de aquecimento no processo de queima e das temperaturas máximas atingidas e, se for o caso, das pressões de compactação.

A absorção de água tem uma importante influencia na EPU, sendo observada em alguns casos correlação direta entre absorção e expansão natural, independentemente do tempo, podendo assim, servir como indicador da EPU.

Estudando composições compostas por caulinita, quartzo e mica, Cole (1962), verificou que para temperaturas maiores que a temperatura de “máxima” EPU, havia uma correlação diretamente proporcional, enquanto que

para temperaturas inferiores a relação era linear, todavia, inversamente proporcional.

Em pesquisas com argilas basicamente cauliníticas (usando-se autoclavagem) chegou-se a conclusões semelhantes, diferindo apenas na temperatura de máxima EPU (Campos, 2002). Estes resultados confirmam o que 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, sendo observado que não há uma correlação generalizada, que cada caso tem características próprias.

3.6 Trabalhos envolvendo o estudo da Expansão por umidade

Menezes et al. (2001) advertiram que pesquisas com corpos de prova basicamente cauliníticos indicaram por muito tempo uma correlação linear e universal entre a EPU (após a autoclavagem) e a absorção de água. Investigações posteriores complementam os citados autores, indicaram que a correlação entre a EPU e a absorção de água não é necessariamente linear ao longo de toda a amplitude de queima, embora seja marcante a tendência de correlação entre as referidas propriedades (absorção de água, EPU e temperatura de queima).

Para Campos (2002) a influência da inversão do quartzo na determinação da EPU indica que a possível expansão permanente provocada pelo quartzo quando da requeima em temperaturas maiores que 573°C, só é observada em corpos de textura grosseira. E que devido às características de fina textura dos corpos cerâmicos modernos, o efeito de expansão provocado pela inversão do quartzo é pouco provável que influencie na EPU.

Rodrigues (2002) indica que os óxidos de cálcio e de magnésio de fato reagem durante a sinterização, com as fases amorfas, levando à formação de fases mais estáveis frente à umidade. A influência dos citados óxidos sobre a

EPU depende da composição do restante da peça, da temperatura e do ciclo de queima.

Menezes et al. (2005) analisaram a EPU de peças que apresentaram falhas, estudando amostras de revestimentos que sofreram destacamento em serviço e de tijolos oriundos de um edifício que sofreu colapso estrutural, e estes concluíram que os revestimentos que destacaram possuíam elevada EPU, superior a indicada com a fervura por 24 horas e que a previsão da EPU natural utilizando-se da metodologia de previsão de expansão natural pode fornecer indicações sob o comportamento de expansão das peças cerâmicas, após longos períodos de tempo, muito mais confiáveis do que às obtidas apenas com um único ensaio de fervura.

Medeiros et al. (2008) em estudo sobre a influência do quartzo na EPU e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos cerâmicos, verificou os valores da EPU sem autoclavagem analisando cada temperatura de queima com a adição do quartzo na argila plástica em diferentes teores, observando que houve redução da EPU apenas na temperatura de 850°C, nas demais temperaturas houve pouca variação.

Segundo Andrade et al. (2008) a presença dos álcalis, ao precipitar o surgimento da fase vítrea, parece reduzir a progressão da absorção de água de corpos cerâmicos cujas matérias-primas contêm significativos teores de CaO, o que, como consequência, poderá dificultar o surgimento da EPU nas idades mais avançadas do corpo cerâmico.

Andrade (2009) estudou o efeito da ação de carbonatos sobre a EPU associada às propriedades cerâmicas de blocos e verificou que a autoclavagem promoveu, de forma praticamente universal, o sistemático aumento da EPU, sem, no entanto, gerar correlações de resultados que sugiram um modelo que correlacione “temperatura de queima” versus “autoclavagem” do qual resultasse a previsão de incremento da EPU.

Medeiros (2009) estudou a influência do teor de quartzo na expansão por umidade e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em

blocos furados, e verificou que a adição de quartzo finamente moído, de 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.

3.7 Considerações sobre os resíduos de caulim e de granito

3.7.1 Resíduos de caulim

Apesar a grande utilidade do caulim nos diversos setores industriais, da grande produtividade nacional e do seu alto valor econômico, a indústria de beneficiamento de caulim acarreta problemas significativos à região onde estão instaladas devido à geração de grande volume de resíduo contendo caulim, mica e quartzo (Leite et al., 2007).

Dependendo da sua composição e quantidade, podem implicar em sérios danos ao meio ambiente. O resíduo obtido quando do beneficiamento do caulim, é constituído essencialmente da fração não plástica da massa (quartzo e fundentes), geralmente possui carbonatos e outras substâncias cujas granulometrias geralmente são mais grosseiras quando comparadas ao restante da composição (Ramalho, 2005).

Segundo Costa et al. (2006) no processo de retirada das impurezas, ou seja, no beneficiamento, há uma grande geração de resíduos, os quais são dispostos em terrenos da própria empresa, ocupando um grande espaço.

Para Lisboa et al. (2007) o processo de beneficiamento de caulim produz dois tipos de rejeitos: um composto por partículas grosseiras (principalmente quartzo), sendo comumente chamado de resíduo grosso, que em alguns casos é repostado no próprio local da lavra, e, um outro tipo de rejeito, também volumoso, constituído essencialmente por uma suspensão aquosa do argilomineral caulinita, sob a forma de partículas empilhadas, que não são totalmente dispersas durante o processamento, estando acompanhado de teores de ferro e titânio na ordem de 5%.

O segundo resíduo origina-se na segunda fase do beneficiamento, que objetiva separar a fração fina do minério, purificando o caulim e gerando um resíduo denominado comumente por resíduo fino (Menezes et al., 2007).

Para Costa et al. (2006) na etapa de beneficiamento os principais problemas estão ligados à quantidade de resíduo gerada, 70% do caulim extraído e a poluição do ar. Os resíduos gerados nessa etapa são simplesmente amontoados em terrenos das empresas de beneficiamento, ocupando assim um grande volume. Como a disposição dos resíduos não é feita de forma correta, observa-se que eles, depois de secos, se transformam em pó e pela ação do vento, se espalham, poluindo o ar.

De acordo com Menezes et al. (2007) a maioria do rejeito gerado é, em geral, descartada em campo aberto e em várzeas de riachos e rios, o que causa agressão à fauna e flora e à saúde da população. Essa postura por parte das empresas produtoras de caulim vem sendo alvo de severas fiscalizações dos órgãos de proteção ambiental, fazendo com que o resíduo gerado torne-se uma fonte de custos para as empresas e, por vezes, um limitante no aumento de suas produções, o que vislumbra um grande potencial de lucro para as empresas que puderem reaproveitar ou incorporar esses resíduos em suas linhas de produção.

O processo de beneficiamento acarreta ao resíduo, de forma involuntária, qualidades excelentes para que possa vir a ser uma matéria-prima de primeira qualidade, para produção de blocos e revestimentos cerâmicos, já que separa o quartzo da caulinita (Lima et al., 2001).

3.7.2 Resíduos de granito

A indústria da mineração e beneficiamento de granitos é uma das mais promissoras áreas de negócio do setor mineral, apresentando um excelente crescimento da produção mundial, nos últimos anos.

No processo de extração e corte de pedras ornamentais são gerados enormes quantidades de resíduos que geram um alto custo durante o recolhimento e armazenamento. Os resíduos de serragem de rochas ornamentais, aparentemente sem valor industrial, podem ser usados como componente importante de massas argilosas na fabricação de produtos cerâmicos para uso na construção civil (Moreira et al., 2003).

As razões para isto estão relacionadas aos seguintes aspectos principais:

- i) a composição químico-mineralógica do resíduo;
- ii) a sua natureza não plástica;
- iii) não causa poluição durante a fabricação e uso dos novos produtos cerâmicos (Moreira et al., 2003).

O resíduo de pedras ornamentais pode apresentar diversos aspectos. No momento da lavra é grosseiro, enquanto que os resíduos formados nos teares e durante o polimento são lamas abrasivas. Além disso, durante o processo de polimento são adicionados produtos químicos variados. Essa lama aparentemente sem valor comercial é um produto não biodegradável. Quando seco acarreta também problemas de saúde pública. O custo da estocagem deste material também é um fator relevante, pois devido o seu volume, é necessário uma grande área destinada ao depósito deste material (Silva, 1998).

A lama do beneficiamento do granito é em geral descartada em córregos, ravinas, lagos e rios, havendo a formação de grandes depósitos a céu aberto. A lama da serragem enquanto fluída afoga plantas e animais e deprecia o solo, quando seca, sua poeira inspirada é danosa à saúde de homens e animais, sendo comprovada a poluição de cursos de água e mananciais por parte dos resíduos da indústria do granito (Menezes et al., 2002). A lama obtida geralmente é constituída de pó de rochas, que corresponde a cerca de 20 a 25% do bloco beneficiado, além de outros acessórios como granalha metálica, cal e água.

O resíduo de granito vem sendo pesquisado como uma possível matéria-prima usada em massas na fabricação de produtos cerâmicos, pois este é constituído de SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , Na_2O e CaO . Os altos teores de SiO_2 e Al_2O_3 obtidos são típicos de rochas ígneas graníticas. As presenças de Fe_2O_3 e CaO estão provavelmente relacionadas aos constituintes do próprio resíduo, assim como a adição de granalha e hidróxido de cálcio como lubrificante e abrasivo no processo de corte/serragem do granito. Os óxidos alcalinos ($\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$), que atuam como agentes fundentes, e são provenientes principalmente da mica moscovita e feldspatos (Pereira, 2006).

3.8 Incorporação de resíduos de caulim e granito em massas cerâmicas

A indústria cerâmica, particularmente o setor voltado para a fabricação de produtos da construção civil, tem sido alvo da incorporação de resíduos industriais. Em virtude de alguns resíduos possuírem composição similar às matérias-primas naturais usadas na indústria cerâmica e freqüentemente contém materiais, que além de serem compatíveis, também beneficiam o processo de fabricação (Santana et al., 2008).

Assim, a reciclagem e a reutilização destes resíduos produzidos por diferentes indústrias vêm adquirindo fundamental importância no que se refere à obtenção de novas matérias-primas (Oliveira et al., 2007).

Em virtude de possuir elevado volume de produção, o que possibilita o consumo de grandes quantidades de rejeitos, que, aliado às características físico-químicas das matérias-primas cerâmicas e às particularidades do processamento cerâmico, faz da indústria cerâmica uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos (Menezes, 2002).

A incorporação de resíduos de granito e caulim em massas cerâmicas objetiva substituir matérias-primas tradicionais, como quartzo e feldspato. Em geral, os resíduos de granito e caulim são constituídos essencialmente por quartzo, caulinita e pequena proporção de mica (Mendonça, 2007).

A inserção dos resíduos num ciclo produtivo vem mostrando ser uma opção de recuperação alternativa desses materiais, o que é interessante no aspecto ambiental e econômico (Lisboa et al., 2007).

As placas de cerâmica para revestimentos abrangem diversos usos em consequência de uma série de possibilidades de combinações, destacando-se a escolha da massa (combinação balanceada de várias matérias-primas para que ela apresente comportamento adequado em cada uma das etapas do processo de fabricação e o produto final possua as propriedades desejadas), a forma de preparo, o tipo de conformação da peça, o tipo de acabamento da superfície, o processamento térmico e as características técnicas do produto (Mendonça et al., 2007).

A incorporação dos resíduos da extração e beneficiamento mineral do caulim, em produtos para construção civil, vem se mostrando uma ótima alternativa para diversificar a oferta de matérias-primas e para a economia de recursos naturais (Menezes et al., 2002; Menezes et al., 2005).

O uso do resíduo de granito, como matéria-prima para a indústria de cerâmica vermelha, está baseado na substituição de parte dos materiais não plásticos. Esses resíduos têm, em sua constituição mineralógica, um elevado percentual de quartzo e feldspato e pequenas proporções de mica e calcário, dentre outros e, provavelmente, poderão ser utilizados em composições para produtos de cerâmica vermelha com custos mais reduzidos, portanto, o aproveitamento de resíduos, como matéria-prima cerâmica, juntamente com argilas tem, na realidade, efeitos positivos nas propriedades dos produtos cerâmicos semi-acabados e acabados, influenciando em todas as fases do processo (moldagem, secagem e sinterização) e repercutindo nas propriedades físico-mecânicas dos corpos cerâmicos utilizados em cerâmicas vermelha, tais como, blocos, lajotas e telhas (Silva, 2007).

Menezes et al. (2002) caracterizaram amostras de resíduo de serragem de granito provenientes de indústrias da Paraíba, Ceará e Pernambuco, com provável uso na construção civil. Os resultados da pesquisa evidenciaram que

os resíduos estudados apresentaram características físicas e mineralógicas adequados para uso como matéria-prima cerâmica alternativa para uso em cerâmica vermelha para fabricação de blocos maciços, blocos furados e telhas e em revestimentos cerâmicos e grés sanitário.

Moreira (2003) realizou um estudo objetivando reaproveitar o resíduo do corte de rochas ornamentais como matéria-prima para cerâmica vermelha. Foi preparada uma série de misturas argila/resíduo contendo até 20% em peso de resíduo de rocha ornamental, e sinterizadas entre 850 °C e 1150 °C. Os resultados experimentais mostraram que adições de até 20% em peso do resíduo de rocha ornamental, não promovem variações significativas na generalidade das propriedades físico-mecânicas da massa argilosa padrão.

Vieira et al. (2004) estudaram o efeito da incorporação do resíduo de granito em massas da cerâmica vermelha. Eles adicionaram até 40% do resíduo de granito na massa cerâmica. Concluíram que o resíduo pode melhorar o processo de extrusão, otimizando a plasticidade; facilita o processo de secagem através de redução de água de trabalhabilidade, assim como diminui a porosidade aberta.

Correia (2005) estudou a possibilidade de utilização dos rejeitos de serragem de granitos gerados na indústria e beneficiamento como uma alternativa na produção de blocos e revestimento cerâmico, visto que estes resíduos apresentam massas específicas reais, distribuição granulométrica e áreas específicas semelhantes às das matérias-primas cerâmicas convencionais, situando-se entre os valores das matérias-primas plásticas e não-plásticas, e verificou que os resíduos analisados são constituídos essencialmente por quartzo, feldspato, calcita e mica, sendo um deles composto basicamente por quartzo e caulinita e que a adição de resíduo às massas cerâmicas para blocos provoca uma elevação na absorção de água e uma redução na resistência à compressão simples dos blocos cerâmicos, e que blocos com teores de até 50% de resíduos apresentam características cerâmicas dentro das especificações da normalização.

Santana et al. (2006) estudaram a incorporação de resíduos da serragem de granito em massas empregadas na fabricação de revestimentos cerâmicos, realizando ensaios de caracterização química e mineralógica, como também caracterização tecnológica. Através deste estudo observaram que o resíduo de granito apresenta composição química, composição mineralógica e granulometria adequadas para uso em composições de massa cerâmicas; verificaram que o resíduo possuía porcentagens consideráveis de sílica, alumina e uma porcentagem razoável do óxido de ferro; a mica, o quartzo e o feldspato são os principais constituintes do resíduo e estes apresentaram 50% em peso das partículas com diâmetro médio equivalente abaixo de 26,05µm. Os corpos cerâmicos obtidos com as massas alternativas apresentaram propriedades adequadas para serem utilizadas como revestimentos cerâmicos.

Lisboa et al. (2007) realizaram estudos com o objetivo de desenvolver formulações constituídas por misturas de argila, resíduo de granito e caulim, para uso em revestimento cerâmico através de planejamento experimental. Foram estabelecidos limites inferiores e superiores de 60 e 80% de argila respectivamente e limites inferiores e superiores de 10 e 30% de resíduos, respectivamente, e verificou que é possível maximizar a quantidade de resíduo nas formulações cerâmicas utilizando a técnica de delineamento de mistura.

Mendonça et al. (2008) estudaram a retração de queima de corpos cerâmicos para revestimentos incorporados com resíduos de caulim e granito, verificou que é possível maximizar a quantidade de resíduos mantendo-se um controle sobre a retração de queima dos corpos de prova.

3.9 Considerações sobre o efeito da adição de resíduos de caulim e granito sobre a EPU

O resíduo do beneficiamento do caulim é constituído essencialmente da fração não plástica da massa (quartzo e fundentes), portanto a utilização deste resíduo em massas cerâmicas visa substituir o quartzo, matéria-prima

convencional utilizada em massas cerâmicas para produção de blocos e revestimentos cerâmicos. O quartzo é uma das várias formas de sílica (SiO_2), suas fortes ligações Si-O lhe conferem alta dureza e elevada estabilidade química, além de ser um dos minerais com maior dureza na composição química.

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°C , sendo o teor de quartzo presente após a queima não muito diferente do inicial.

4.0 Materiais e Métodos

4.1 Materiais

Os materiais utilizados nesta pesquisa foram:

- Resíduo de Granito – Resíduo da serragem de granito, resultantes do beneficiamento de blocos de granito da Empresa GRANFUGI S/A – Industrial Comercial Importadora e Exportadora, Alça Sudoeste, Rodovia Alça Sudoeste, Quadra 18, Km 1,4.
- Resíduo de Caulim – Resíduo do processamento de caulim: derivado da segunda etapa do beneficiamento de caulins primários, extraídos da planície pegmatítica da Borborema, que esta localizada no município de Juazeirinho, PB, e foi cedido pela CAULISA indústria S/A.
- Argila – Argila proveniente do Município de Alhandra, PB, fornecida pela Indústria ARMIL MINÉRIOS LTDA.

4.2 Metodologia

A metodologia utilizada para o desenvolvimento da pesquisa consiste nas etapas mostradas e descritas no Fluxograma da Figura 4.1, a seguir.

4.2.1 Coleta e preparação das amostras

A coleta e a preparação das amostras de resíduos de caulim e granito foram realizadas seguindo a seguinte metodologia: Inicialmente foram coletadas amostras representativas de resíduos de caulim e da serragem de granitos. Em seguida, através da técnica de quarteamento, separou-se uma amostra representativa de aproximadamente 10 kg de cada empresa. Após a quarteação as amostras foram beneficiadas em peneira ABNT N° 200(0,074mm) para realização dos ensaios de caracterização e em peneira ABNT N° 80(0,18mm) para realização dos ensaios tecnológicos.

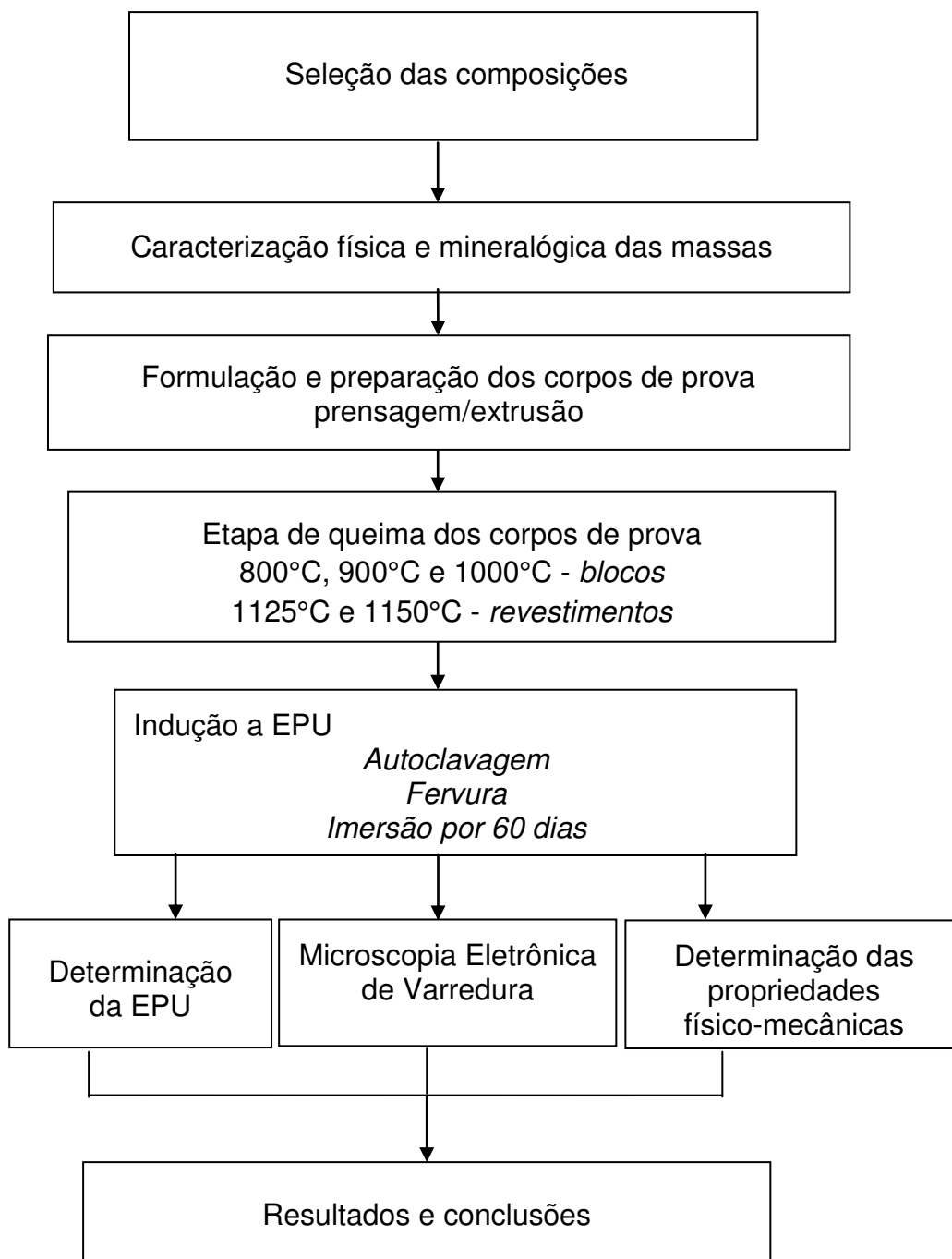


Figura 4.1: Fluxograma geral das etapas do trabalho.

4.2.2 Composições

As composições foram formuladas utilizando o planejamento experimental através da metodologia de delineamento de misturas, para a produção de blocos e revestimentos cerâmicos objetivando o estudo da expansão por umidade.

A Tabela 4.1 apresenta as composições obtidas, tanto em termos dos componentes originais, como dos pseudocomponentes, das formulações para a produção de blocos e revestimentos cerâmicos.

Tabela 4.1: Composições obtidas através do planejamento em rede simplex {3,2} com ponto central para as formulações visando produção de blocos e revestimentos cerâmicos

Composições	Composições					
	Proporção (%) Componentes Originais			Proporção (%) Pseudo-componentes		
	Argila B	Granito ^a	Caulim ^a	A	G	C
1	80	10	10	1	0	0
2	60	30	10	0	1	0
3	60	10	30	0	0	1
4	70	20	10	1/2	1/2	0
5	70	10	20	1/2	0	1/2
6	60	20	20	0	1/2	1/2
7	66,6	16,7	16,7	2/3	1/6	1/6

^a resíduos

A partir de trabalhos realizados por Mendonça (2007), foram selecionadas as composições apresentadas na Tabela 4.2, pois estas atenderam a maioria das propriedades cerâmicas, recomendadas pela norma ABNT NBR 13818 (1997).

A Tabela 4.2 apresenta as composições empregadas nas formulações para produção de blocos e revestimentos cerâmicos visando minimizar a EPU.

Tabela 4.2: Composições empregadas nas formulações para produção de blocos e revestimentos cerâmicos visando minimizar a EPU

Composições	Proporção (%) Componentes Originais			Proporção (%) Pseudo-componentes		
	Argila B	Granito ^a	Caulim ^a	A	G	C
I	70	20	10	1/2	1/2	0
II	70	10	20	1/2	0	1/2
III	66,6	16,7	16,7	2/3	1/6	1/6

^a resíduos

4.3 Caracterização dos resíduos de granito de caulim e das composições

4.3.1 Ensaios de caracterização

As amostras de resíduos de caulim, granito e das composições foram submetidas a ensaios de caracterização física e mineralógica, destacando-se a análise granulométrica por difração laser (AG), análise química (AQ), análise termodiferencial e gravimétrica (ATD e TG) e difração de raios X (DRX), com a finalidade de determinar o seu estado de cominuição, componentes químicos e fases mineralógicas presentes.

4.3.1.1 Análise granulométrica por difração a laser (AG)

Neste método é combinada a relação proporcional entre a difração a laser e a concentração e o tamanho de partículas. Para realização deste ensaio as amostras dos resíduos e das composições em estudo foram passados em peneira ABNT nº 80(0,18mm), e dispersas em 250 mL de água destilada em agitador Hamilton Beach modelo N-5000 na velocidade de 17.000rpm, por 20 minutos; em seguida, esta dispersão foi colocada em um equipamento CILAS modelo 1064, em modo úmido, até atingir a concentração ideal, que é de 150 unidades de difração/área de incidência.

4.3.1.2 Análise química por fluorescência de raios X (EDX)

Depois de secas em estufa a 110°C, as amostras dos resíduos e das composições foram passadas em peneira ABNT nº 200(0,074mm) e submetidas a análise química por fluorescência de raios X, em equipamento EDX 720 da Shimadzu.

4.3.1.3 Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (TG)

As análises térmicas diferenciais (ATD) e termogravimétricas (TG) das amostras dos resíduos e das composições foram realizadas em equipamento BP Engenharia, Modelo RB 3000, operando a 12,5°C/min. A temperatura máxima utilizada nas análises térmicas foi de 1000°C e o padrão utilizado nos ensaios de ATD foi o óxido de alumínio (Al_2O_3) calcinado.

4.3.1.4 Difração de raios X (DRX)

As análises por DRX das amostras do resíduo de granito e caulim e das composições em estudo foram realizadas em equipamento XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi $K\alpha$ do Cu (40kV/30mA); a velocidade do goniômetro foi de 2°/min e passo de 0,02°. A interpretação foi efetuada por comparação com padrões contidos no programa computacional PDF 02 (ICDD, 2003).

Todas as análises foram realizadas em Laboratórios da UAEMA/CCT/UFCG, Campina Grande, PB.

4.4 Conformação dos corpos de prova

4.4.1 Prensagem (revestimentos)

As matérias-primas foram misturadas em moinho de bolas. Após a etapa de mistura, as massas foram secas e passadas em peneiras ABNT N°

80(0,18mm). Em seguida, foram confeccionados corpos de prova com dimensões de 60 mm x 20 mm x 5 mm, destinados a determinação das propriedades físico-mecânicas e aqueles destinados a determinação da EPU foram obtidos com as dimensões de 5cm x 0,7 cm x 0,7 cm por prensagem uniaxial (prensa hidráulica SCHWING SIWA) a 24,0 MPa.

4.4.2 Extrusão (blocos)

As matérias-primas foram extrudadas em extrusora (marca Verdes, modelo 51) sendo confeccionados corpos de prova com as dimensões de 10 cm x 2 cm x 1 cm (comprimento x largura x espessura) para determinação das propriedades físico-mecânicas. Para os ensaios de EPU os corpos de prova foram confeccionados com dimensões de 5cm x 0,7cm x 0,7cm; todos foram moldados com a massa apresentando teores de umidade que se encontrava dentro do intervalo de 18 a 22%. A distribuição homogênea da água no interior da massa se deu através da maceração. Para melhorar a trabalhabilidade da massa o início da moldagem dos corpos de prova foi realizado 72h após umedecimento das massas.

A moldagem dos corpos de prova (por prensagem e por extrusão) foi realizada em Laboratório da UAEMA/CCT/UFCG, Campina Grande, PB.

4.5 Etapa de queima dos corpos de prova

Após conformação os corpos de prova foram queimados (Forno INTI Flyever) nas temperaturas de 800°C, 900°C e 1000°C, sob taxa de aquecimento de 10°/min., para os blocos. Para revestimentos, os corpos de prova foram submetidos à queima rápida (Forno Maitec FE 50rp), nas temperaturas de 1125°C, 1150°C.

4.6 Propriedades físico-mecânicas

Foram determinadas as seguintes propriedades: absorção de água e módulo de ruptura à flexão. A absorção de água foi determinada através da NBR 13818 (1997). A resistência à flexão (TRF) foi determinada através do ensaio de flexão em três pontos, de acordo com a norma ABNT NBR 13818 (1997), com velocidade de deslocamento do braço de aplicação da carga de 0,5 mm/min.

Os resultados obtidos resultam da média aritmética de 5 corpos de prova e foram comparados os estabelecidos pela norma NBR 13818/1997-Anexo A.

4.7 Ensaio de EPU realizados

Foram realizados os seguintes ensaios de indução a EPU:

Autoclavagem: os corpos cerâmicos foram submetidos a condições extremamente severas, onde permaneceram em contato com vapor d'água saturado a uma pressão de 150psi por período de 3 horas.

Fervura: corpos cerâmicos foram submetidos a um período de fervura, onde permaneceram imersas em água fervente por 4 horas.

Imersão: os corpos cerâmicos foram submetidos à imersão em água destilada pelo período de 60 dias. Após este período foram secos em ambiente natural e em seguida foi determinada a EPU.

4.8 Determinação da EPU

Para determinação da EPU, os corpos de prova foram submetidos aos ensaios de EPU por indução através de autoclavagem, fervura e imersão por período de 60 dias. A determinação da EPU foi efetuada através da técnica de dilatométrica antes e após a indução do ensaio da EPU.

A medição da deformação do corpo de prova detectada depois da operação de requeima seguiu as indicações das Normas ASTM C370/2006 e nesse sentido fez-se emprego da dilatométrica, cuja finalidade é a determinação das curvas de expansão térmica por aquecimento e resfriamento do material em estudo com o emprego de corpos de prova com dimensões de 60 mm x 20 mm x 5 mm, colocados no interior de uma célula constituída por um cilindro de vidro acoplado a uma unidade medidora de informação; os referidos corpos de prova, submetidos a uma elevação de temperatura à taxa de 7,5°C/min, ao terem atingido a temperatura de 550°C permaneceram em “stand by”, por 2h, em seguida foram gradativamente resfriados até a temperatura de equilíbrio com o meio ambiente.

A curva de deformação definida em função da ação da temperatura, indicadas através de um computador acoplado ao sistema, corresponde à variação das dimensões dos comprimentos inicial e final dos espécimes analisados. As curvas de EPU foram obtidas através de um sistema de análise térmica, modelo RB-3000 da BP Engenharia (Figura 4.2).

4.9 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias dos corpos cerâmicos das composições em estudo foram realizadas em equipamento Superscam da SHIMADZU SSX 550 e foram metalizados com ouro.

O método de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite a observação e a caracterização de materiais orgânicos e inorgânicos heterogêneos em uma escala micrométrica. O MEV oferece uma imagem ampliada da superfície do material que é muito similar ao esperado se fosse possível na verdade “olhar” esta superfície. Não apenas a informação da topografia do material é produzida como também, informação de sua composição.

5.0 Resultados e Discussão

5.1 Caracterização dos resíduos de granito e caulim

5.1.1 Caracterização Física

A Tabela 5.1 apresenta a distribuição do tamanho de partículas dos resíduos de granito e de caulim.

Tabela 5.1: Distribuição de tamanho de partículas dos resíduos de granito e de caulim

Amostras	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
Resíduo de granito	9,94	50,11	35,51	20,53
Resíduo de caulim	5,18	18,55	46,92	43,96

Analisando a Tabela 5.1, verifica-se que o resíduo de granito apresenta maior percentagem da fração argila ($D < 2\mu\text{m}$), e menor diâmetro médio de partículas, sendo esses valores de 9,94% e $20,53\mu\text{m}$ respectivamente. Para o resíduo de caulim, observa-se uma elevada quantidade de fração areia ($D > 20\mu\text{m}$) e maior diâmetro médio de partículas sendo esses valores de 46,92% e $43,96\mu\text{m}$ respectivamente. Em relação ao teor de silte, verifica-se que o resíduo de granito apresenta maior teor, sendo esse valor de 50,11%. Resultados semelhantes foram obtidos por Dias (2010) ao estudar resíduos de caulins oriundos da Província Pegmatítica da Borborema.

A Figura 5.1 apresenta a distribuição de tamanho de partículas dos resíduos em estudo.

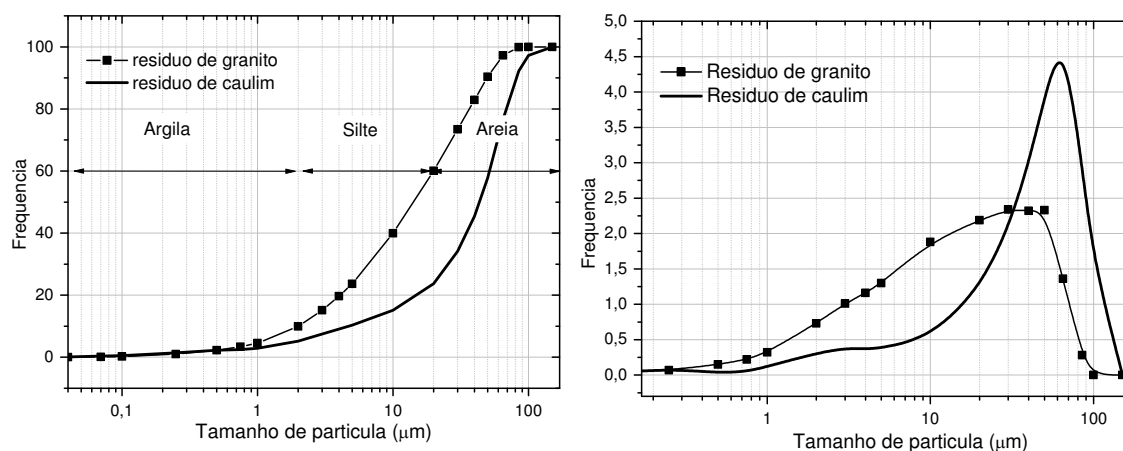


Figura 5.1: Distribuição de tamanho de partículas dos resíduos de granito e caulim.

Analisando a Figura 5.1, verifica-se que os resíduos de granito e de caulim apresentam curvas com comportamento monomodal com larga faixa de distribuição de tamanho de partículas entre 0,1 μ m e 100 μ m, sendo as maiores concentrações entre 90 μ m e 9 μ m. O resíduo de granito apresenta em relação ao volume acumulado valores de D_{10} (2,01 μ m), D_{50} (14,28 μ m) e D_{90} (49,51 μ m). Silva (2007) concluiu que o resíduo de granito apresenta um diâmetro de 16,59 μ m para 50% e 58,99 μ m para 90% de massa acumulada. Verifica-se que os resultados obtidos são relativamente semelhantes. Para o resíduo de caulim, constata-se que o valor de D_{10} , D_{50} e D_{90} em relação ao volume acumulado é de 4,70 μ m, 43,77 μ m e 80,86 μ m, respectivamente. Comparando os resultados obtidos aos valores alcançados por Santana (2007) onde o resíduo de caulim apresentou distribuição de tamanho de partículas com diâmetros variando da seguinte forma: $D_{10}= 5\mu$ m, $D_{50}= 58\mu$ m e $D_{90}=130\mu$ m, ressaltando que de acordo com os valores indicados em literatura os valores obtidos são em geral inferiores aos indicados para o resíduo de caulim.

5.1.2 Caracterização Mineralógica

5.1.2.1 Análise química por fluorescência de raios X (EDX)

A Tabela 5.2 apresenta a composição química dos resíduos de granito e de caulim.

Tabela 5.2: Composição química das amostras dos resíduos de granito e de caulim.

Amostras de Resíduo	Determinações (%)									
	PR	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	TiO ₂	Na ₂ O	Outros
Granito	1,09	61,80	16,50	4,99	2,08	5,08	4,63	0,43	2,92	0,48
Caulim	2,80	52,25	39,89	0,53	1,22	0,00	2,99	0,00	0,00	0,32

PR = Perda ao Rubro

Observa-se na Tabela 5.2 que o resíduo de granito é constituído basicamente de sílica (62%), Al₂O₃ (16%), CaO (5%) e Fe₂O₃ (5%), elevados teores de K₂O, Na₂O e MgO. Esses últimos óxidos são muito importantes na

formulação cerâmica, pois atuam como agentes fundentes, ajudando a sinterização das peças cerâmicas. O resíduo de caulim é constituído basicamente de sílica (52%) e Al_2O_3 (39%), sendo considerado um material refratário, teor de ferro inferior a 1% e apresenta baixos teores de óxidos fundentes.

A Figura 5.2 apresenta os difratogramas de raios X dos resíduos de caulim e granito.

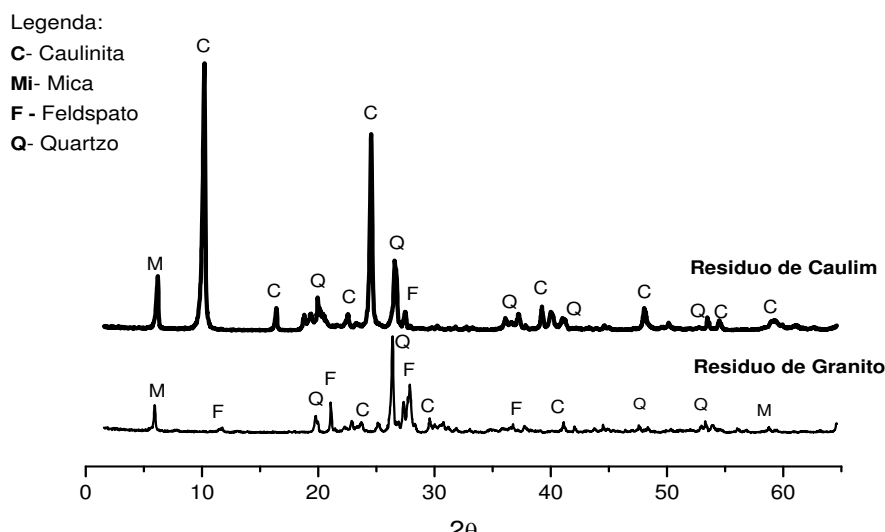


Figura 5.2: Difratograma de raios x dos resíduos de granito e caulim.

Observa-se na Figura 5.2, que as fases mineralógicas presentes no resíduo de granito foram: mica, feldspatos, quartzo, caulinita, fases típicas de rochas graníticas. Para o resíduo de caulim, observou-se as seguintes fases mineralógicas: quartzo, caulinita e mica. Comparando os resultados encontrados com os obtidos por Menezes (2007), observa-se que as fases mineralógicas presentes nos resíduos são semelhantes as indicadas na literatura.

5.1.3 Análise Térmica

As Figuras 5.3(a e b) apresentam simultaneamente, as curvas de análises termodiferenciais e termogravimétricas dos resíduos de granito e de caulim.

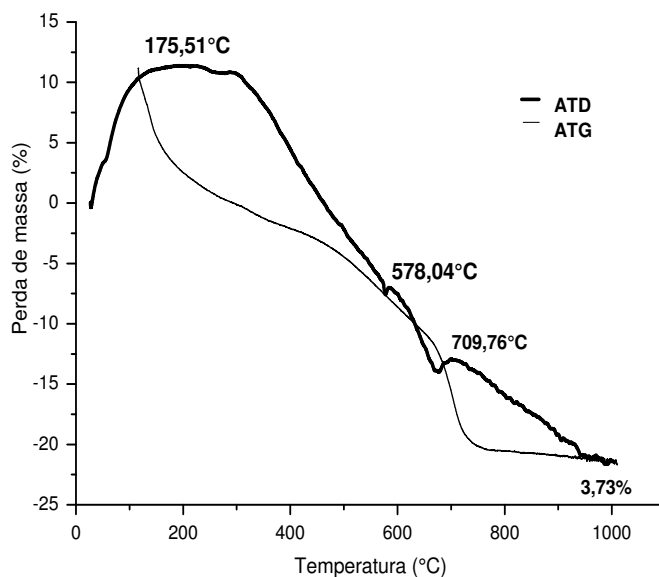


Figura 5.3(a): Análises termogravimétricas e termodiferenciais do resíduo de granito.

Observando a curva termodiferencial do resíduo de granito verifica-se a presença das seguintes transformações térmicas: pico exotérmico com máximo em 175,51°C correspondente à presença de água livre e adsorvida no material; pico endotérmico por volta de 578,04 °C referente à transformação do quartzo α em quartzo β e pico exotérmico em 709,76°C relacionado à presença de hidroxilas da mica. Através da curva termogravimétrica, observa-se que a perda de massa total é de 3,78%, correspondente a perda de água livre e adsorvida e hidroxilas.

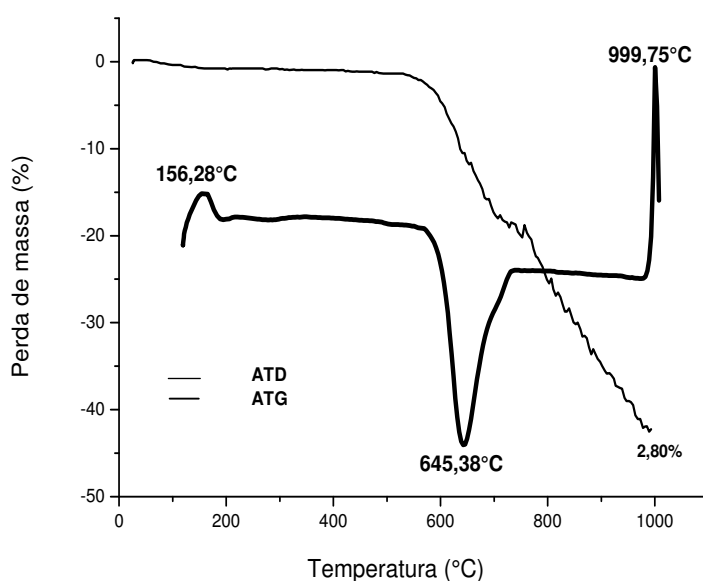


Figura 5.3(b): Curvas de análises termogravimétricas e termodiferenciais do resíduo de caulim.

Analisando a curva termodiferencial do resíduo de caulim, verifica-se a presença de pico exotérmico a 156,28°C referente da presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico em 645,38°C característico da presença de hidroxilas e pico exotérmico a 999,75°C relativo à nucleação da mulita. Para o resíduo de caulim, verifica-se que no intervalo de temperatura de 0 a 645°C ocorreu uma perda de massa de 1,53% referente à água livre. Entre 645°C e 900°C a perda de massa foi de 1,23% correspondente à perda de hidroxilas do material.

5.2 Caracterização das Composições

5.2.1 Caracterização Física

A Tabela 5.3 apresenta os resultados da distribuição de tamanhos de partículas das composições estudadas.

Tabela 5.3: Distribuição do tamanho de partículas das composições estudadas

Composições	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
Comp. I (70A-20RG-10RC)	12,85	45,14	41,70	33,52
Comp. II(70A-10RG-20RC)	9,4	34,28	56,08	46,36
Comp. III (66,7A-16,7RG-16,7RC)	10,56	40,67	48,73	38,36

Analisando a Tabela 5.3, verifica-se que a composição I apresenta maior percentagem da fração argila ($D < 2\mu\text{m}$), e menor diâmetro médio de partículas (33,52 μm). Este fato deve-se ao teor de resíduo de granito e de argila existente na composição. Para composição II, observa-se uma elevada quantidade de fração areia ($D > 20\mu\text{m}$) e maior diâmetro médio de partículas sendo esses valores de 56,08% e 46,36 μm respectivamente, estes resultados podem ser atribuídos a maiores quantidades de resíduos de caulim. Em relação ao teor de silte, verifica-se que a composição I apresenta maior teor, sendo esse valor de 45,14% em relação às outras composições. Para

composição III, observa-se elevada quantidade de fração areia ($D > 20\mu\text{m}$) e pequeno percentual de fração argila ($D < 2\mu\text{m}$), sendo esses valores de 10,56% e 48,73%, respectivamente.

A Figura 5.4 apresenta a distribuição de tamanho de partículas de composições estudadas

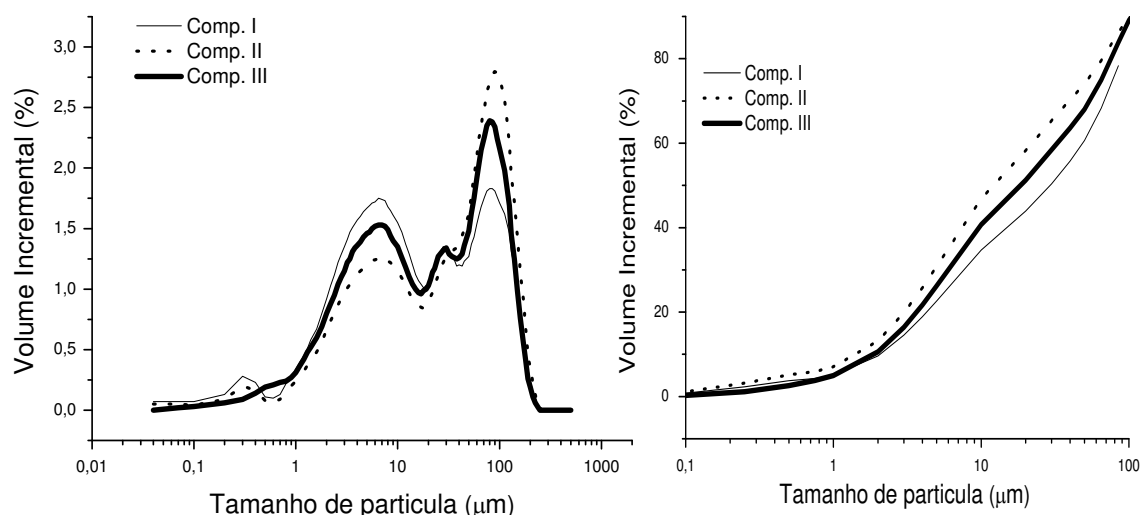


Figura 5.4: Distribuição granulométrica das partículas das composições estudadas

Analisando a Figura 5.4, verifica-se que as composições estudadas apresentam curvas com comportamento bimodal com larga faixa de distribuição de tamanho de partículas entre $0,1\mu\text{m}$ a $110\mu\text{m}$, sendo as maiores concentrações em $90\mu\text{m}$ e $9\mu\text{m}$. A composição I apresenta em relação ao volume acumulado valores de D_{10} ($1,52\mu\text{m}$), D_{50} ($11,72\mu\text{m}$) e D_{90} ($99,41\mu\text{m}$). Para a composição II, verifica-se que os valores de D_{10} , D_{50} e D_{90} em relação ao volume acumulado são $2,08\mu\text{m}$, $29,4\mu\text{m}$ e $115,98\mu\text{m}$, respectivamente. A composição III apresenta em relação ao volume acumulado valores de D_{10} ($1,90\mu\text{m}$), D_{50} ($18,34\mu\text{m}$) e D_{90} ($103,41\mu\text{m}$).

5.2.2 Caracterização Mineralógica

5.2.2.1 Análise química por fluorescência de raios X (EDX)

Na Tabela 5.4 estão apresentadas às composições químicas de formulações das composições em estudo.

Tabela 5.4: Composição química de formulações das composições em estudo.

Amostras	Determinações (%)								
	PR	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	TiO ₂	Outros
Comp. I (70A-20G-10C)	10,12	51,56	26,54	4,93	1,47	0,79	3,39	0,61	0,58
Comp. II(70A-10G-20C)	8,21	51,51	28,83	4,79	1,39	0,53	3,30	0,82	0,62
Comp. III (66,7A-16,7G-16,7C)	9,8	51,60	27,11	4,72	1,36	0,92	3,28	0,63	0,58

PR = Perda ao Rubro

Observando os valores da composição química, verifica-se que a amostra da composição I é constituída basicamente de sílica (52%), Al₂O₃ (26%), Fe₂O₃ (5%), K₂O(3%), MgO(1%) e baixos teores de CaO e TiO₂.

Para composição II, observou-se a seguinte constituição: sílica (51%), Al₂O₃ (29%), Fe₂O₃ (5%), K₂O(3%), MgO(1%) e teores de CaO e TiO₂ inferior a 1% . O teor de MgO pode ser atribuído a presença de argilominerais do grupo da mica. Observa-se também um elevado teor de Al₂O₃, que tende a aumentar a refratariedade da massa.

A composição III, é constituída essencialmente de sílica (52%), Al₂O₃ (27%), Fe₂O₃ (5%), K₂O(3%), MgO(1%) e teores inferior a 1% de CaO, TiO₂. Esses óxidos são muito importantes na formulação cerâmica, pois atuam como agentes fundentes, promovendo uma melhor sinterização das peças.

A Figura 5.5 apresenta os difratogramas de raios X das composições em estudo sem sinterização.

Legenda:
Mi - Mica
C - Caulinita
F - Feldspato
Q - Quartzo

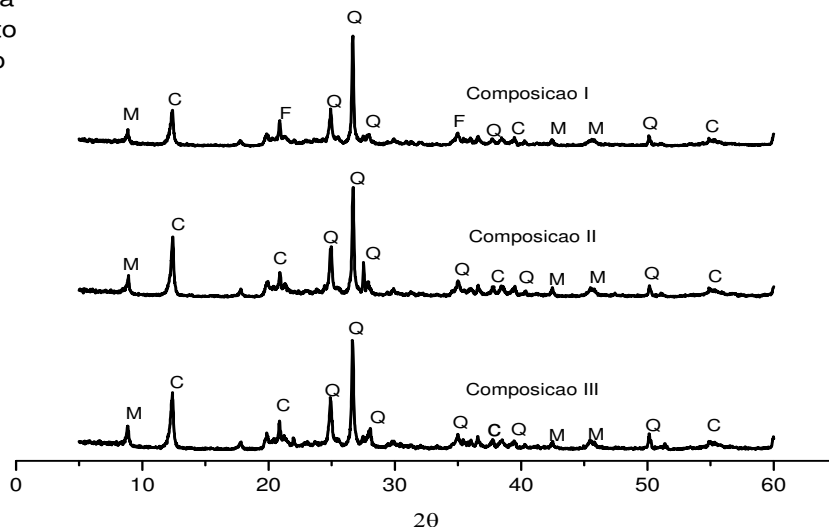


Figura 5.5: Raios X das composições antes da sinterização.

Analisando a Figura 5.5, observa-se, que a composição I apresenta as seguintes fases mineralógicas: mica, caulinita, feldspato e quartzo. A composição II apresenta as fases: mica, caulinita, e quartzo. Para composição III observa-se a presença de mica, caulinita e quartzo.

A Figura 5.6 apresenta os difratogramas de raios X das composições em estudo após queima a 1000°C.

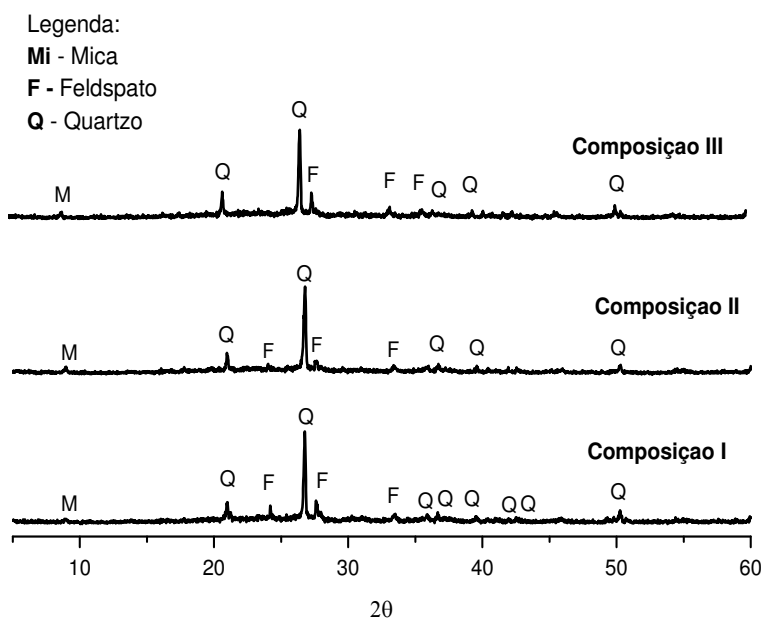


Figura 5.6: Raios X das composições em estudo após queima a 1000°C

Analisando a Figura 5.6, verifica-se que a composição I, apresenta as principais fases mineralógicas: mica, quartzo e feldspato. Para a composição II, observa-se a presença de: quartzo, feldspato e mica. E, para composição III verificou-se a presença das seguintes fases: quartzo, feldspato e mica.

Na Figura 5.7 estão apresentados os difratogramas das composições em estudo após queima a 1150°C

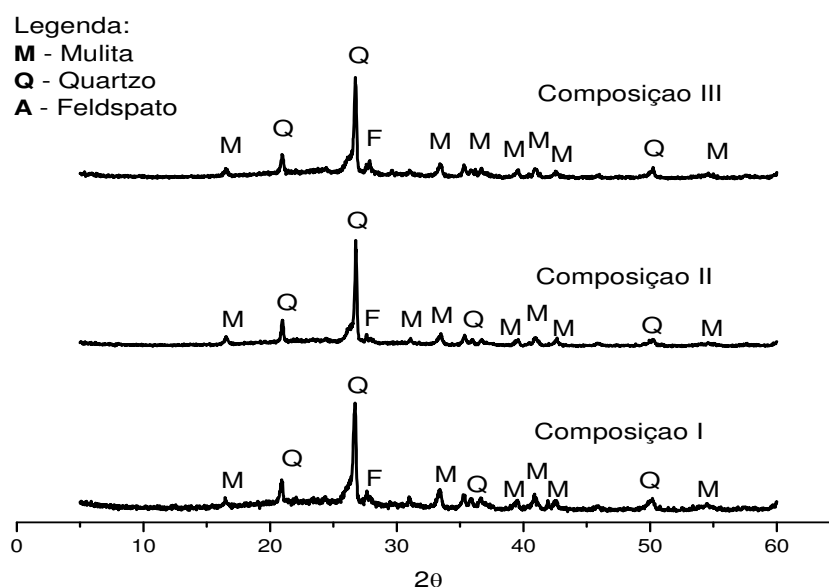


Figura 5.7: Raios X das composições em estudo após queima a 1150°C.

Analisando a Figura 5.7, verifica-se que a composição I, apresenta as seguintes fases mineralógicas: quartzo, mulita e feldspato. Para a composição II, observa-se a presença de quartzo, mulita e feldspato. Enquanto para composição III verificou-se a presença das seguintes fases: quartzo, feldspato e mulita.

Observa-se que as composições em estudo na temperatura de 1150°C apresentam maior quantidade de picos característicos da fase mulita. A mulita é uma fase cristalina estável no sistema aluminossilicato desde a temperatura ambiente até aproximadamente 1880°C sob pressão atmosférica. É um importante constituinte para refratário, para cerâmicas brancas e para cerâmicas estruturais, devido às suas excelentes propriedades físicas e mecânicas a altas temperaturas como alto ponto de fusão, baixa expansão e

condutividade térmica, boa resistência à fratura e ao choque térmico, alta resistência à fluência, excelente estabilidade térmica e baixa densidade, tem tido um uso cada vez mais crescente em corpos cerâmicos (Chen et al., 2001; Monteiro et al., 2004).

5.2.2.2 Análise Térmica

As Figuras 5.8, 5.9 e 5.10, apresentam as curvas de análise termodiferenciais e termogravimétricas das composições estudadas nesta pesquisa.

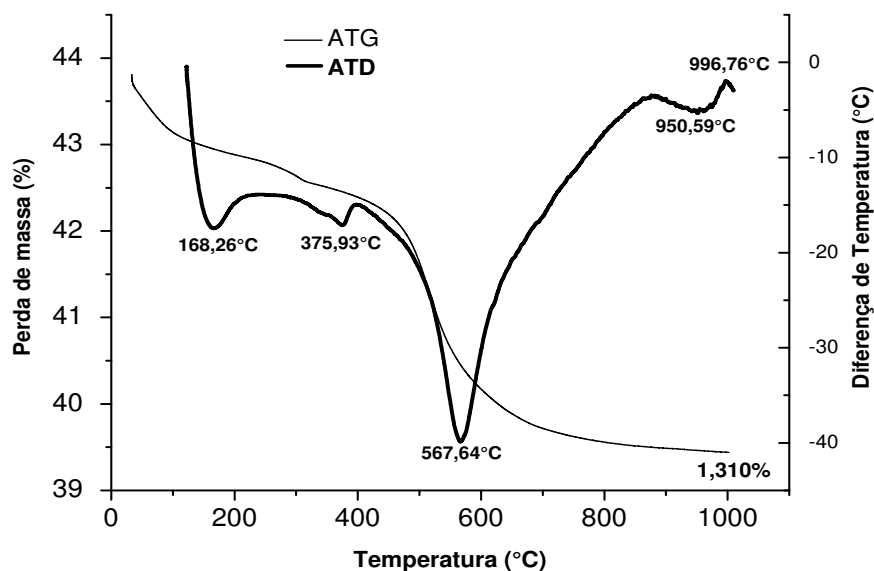


Figura 5.8: Análises termogravimétricas e térmicas diferenciais – Composição I

Analisando as curvas da composição I, observa-se a presença de pico endotérmico em torno de 168,26°C correspondente à presença de água livre e adsorvida no material; pico endotérmico por volta de 375,93°C, relacionado à presença de hidróxido de magnésio; grande pico endotérmico em torno de 567,64°C referente à presença de hidroxilas; pico endotérmico em torno de 950,59°C relacionado à presença de carbonato e pico exotérmico a 996,76°C, relacionados à nucleação da mulita.

Através da curva termogravimétrica observa-se que a perda de massa total é de 1,310%, equivalente a 4,360mg, correspondente a perda de água livre e adsorvida, hidróxido de magnésio, hidroxilas e carbonatos.

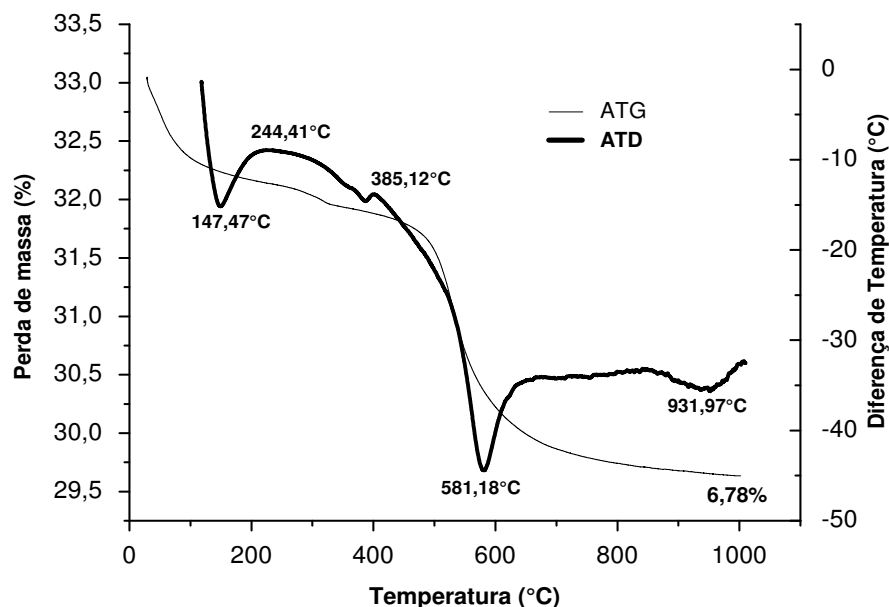


Figura 5.9: Análises termogravimétricas e térmicas diferenciais – Composição II

Analisando as curvas da composição II, observa-se a presença de pico endotérmico por volta de 147,47°C e pico exotérmico em torno 224,41°C provavelmente relacionados à presença de água livre e adsorvida no material; pico endotérmico em torno de 385,12°C relacionado a presença de hidróxido de magnésio; grande pico endotérmico em torno de 581,18°C, possivelmente relacionado a presença de hidroxilas; e pico exotérmico em torno de 931,97°C, relacionado a presença de carbonatos.

Através da curva termogravimétrica observa-se que a perda de massa total é de 6,78%, equivalente a 2,654mg, correspondente a perda de água livre e adsorvida, hidróxido de magnésio, hidroxilas e carbonatos.

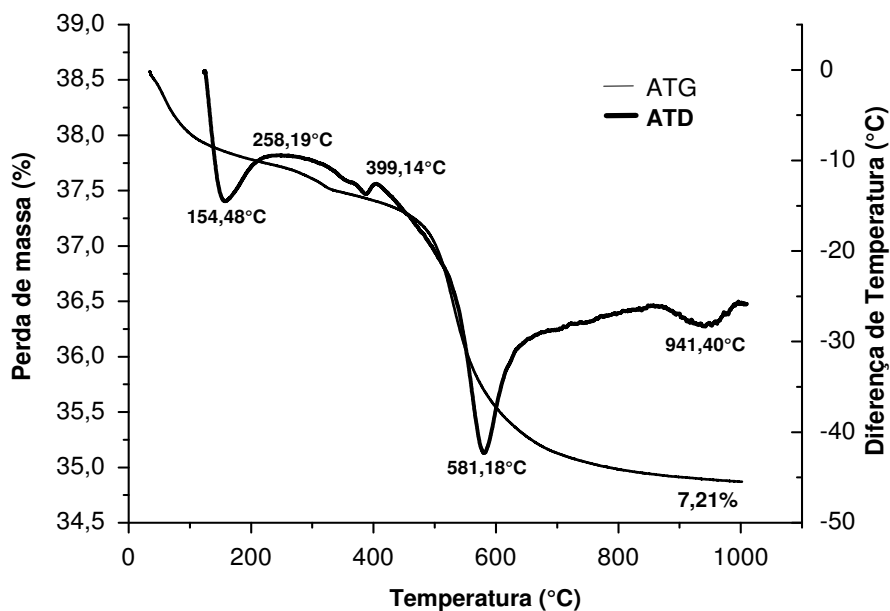


Figura 5.10: Análises termogravimétricas e térmicas diferenciais - Composição III

Analisando as curvas da composição III, verifica-se a presença de pico endotérmico por volta de 154,48°C e pico exotérmico em torno de 258,19°C, provavelmente relacionados à eliminação de água livre e adsorvida no material; pico exotérmico em torno de 399,14°C, relacionado a presença do hidróxido de magnésio; pico endotérmico a 581,18°C possivelmente relacionado a presença de hidroxilas; e pico endotérmico por volta de 941,40°C relacionada a nucleação da mulita.

Através da curva termogravimétrica observa-se que a perda de massa total é de 7,21%, equivalente a 3,707mg, correspondente a perda de água livre e adsorvida, hidróxido de magnésio, hidroxilas e a nucleação da mulita.

5.3 Propriedades físico-mecânicas

5.3.1 Propriedades físico-mecânicas de corpos cerâmicos prensados

A Figura 5.11 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para os corpos cerâmicos após queima nas temperaturas de 800°C, 900°C, 1000°C, 1125°C e 1150°C.

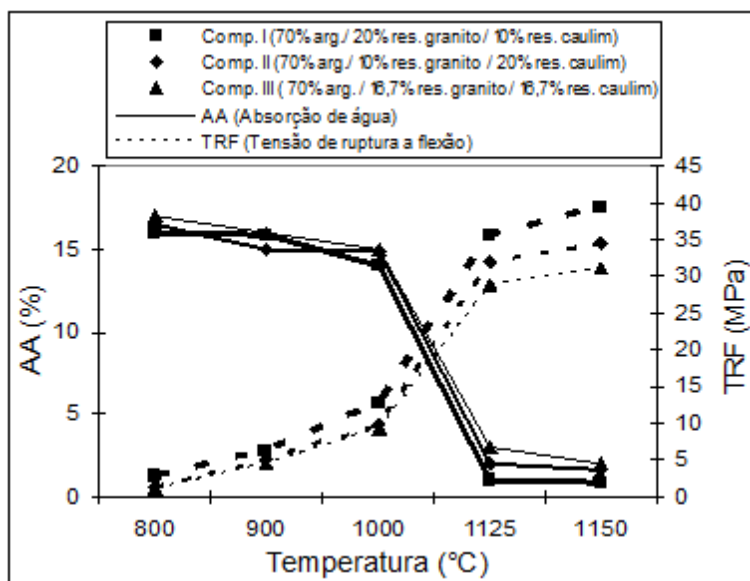


Figura 5.11: Absorção de água e tensão de ruptura à flexão dos corpos cerâmicos sem indução a EPU.

Analisando a Figura 5.11, verifica-se que os melhores resultados de absorção de água e tensão de ruptura à flexão dos corpos cerâmicos foram obtidos a temperatura de 1150°C, destacando-se os corpos cerâmicos da composição I, contendo teor de 20% de resíduo de granito e maior fração argila (Tabela 5.3).

Este fato deve-se aos teores de fundentes existentes no resíduo de granito e na argila, responsável por uma melhor sinterização da peça cerâmica, o que contribui para uma redução do volume de poros, conseqüentemente uma redução da absorção de água e um aumento na resistência mecânica.

Comparando os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão a temperatura de 1150°C, com os estabelecidos pela norma da ABNT

NBR 13818/1997, observa-se que estes podem ser classificados como BIIa(semi-grés), BIIb(semi-poroso) e BIII(poroso).

Silva (2007) em estudo visando à incorporação de resíduo de granito em massa cerâmica para revestimento observou que, os maiores valores de absorção de água foram obtidos para as composições com maiores teores de quartzo. Enfatizou ainda que quando se realiza a queima a 1100°C observa-se que a adição do resíduo de granito à argila favorece a redução da absorção de água, por possuir óxidos fundentes, os quais ajudam na formação da fase vítrea e conseqüentemente na densificação dos corpos cerâmicos.

A Figura 5.12 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para os corpos cerâmicos após indução por autoclavagem.

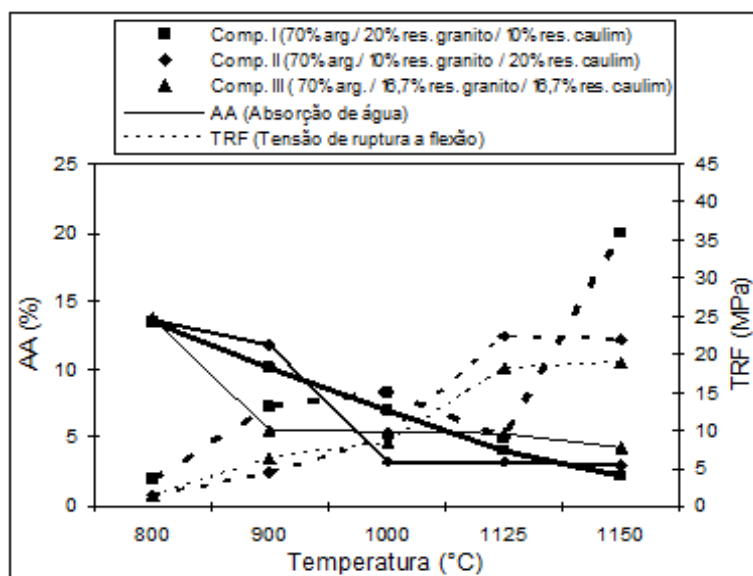


Figura 5.12: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos após indução por autoclavagem.

Observando-se os valores de absorção de água dos corpos cerâmicos em estudo após indução por autoclavagem (Figura 5.12), verifica-se uma redução dos valores com o aumento da temperatura de queima, sendo os melhores resultados obtidos para temperatura de 1150°C, especialmente para os corpos cerâmicos da composição I que apresentam melhor distribuição granulométrica, maior empacotamento e melhor resistência mecânica.

Para a tensão de ruptura a flexão, verifica-se um comportamento semelhante para todos os corpos cerâmicos das composições em estudo, isto é, houve uma elevação dos valores com o aumento da temperatura, porém para as temperaturas de queima de 800° e 900°C obteve-se resultados inferiores ao estabelecido pela norma ABNT NBR 13818/1997.

Verifica-se que os corpos cerâmicos da composição I, com teores de 20% de resíduo de granito, apresentam melhores resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão em relação aos corpos cerâmicos das demais composições. Este fato deve-se principalmente ao teor de resíduo de granito incorporado a massa cerâmica, já que este resíduo é constituído basicamente por feldspato, atuando como agente fundente, e permitindo uma melhor sinterização, obtendo-se peças cerâmicas com uma estrutura mais organizada no sentido de reduzir o volume de poros, proporcionando um decréscimo nos valores das propriedades de absorção de água devido à redução do volume de poros.

Menezes (2007) verificou que o aumento da temperatura provoca a diminuição da absorção de água dos corpos cerâmicos tanto em formulações contendo apenas resíduo de caulim, como naquelas contendo os dois tipos de resíduos. Constatou ainda que a utilização conjunta dos resíduos possibilita obter corpos cerâmicos após queima mesmo em baixas temperaturas, como 800°C, com absorção inferior a normalização para blocos.

Comparando os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão após indução por autoclavagem com os valores obtidos para corpos cerâmicos sem indução, verifica-se que os corpos cerâmicos da composição I, apresentam resultados semelhantes para tensão de ruptura à flexão e valores de absorção de água para temperatura de 1150°C, enquanto que os corpos cerâmicos das demais composições apresentam redução nos valores de absorção de água e tensão de ruptura á flexão.

A Figura 5.13 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos após indução a fervura.

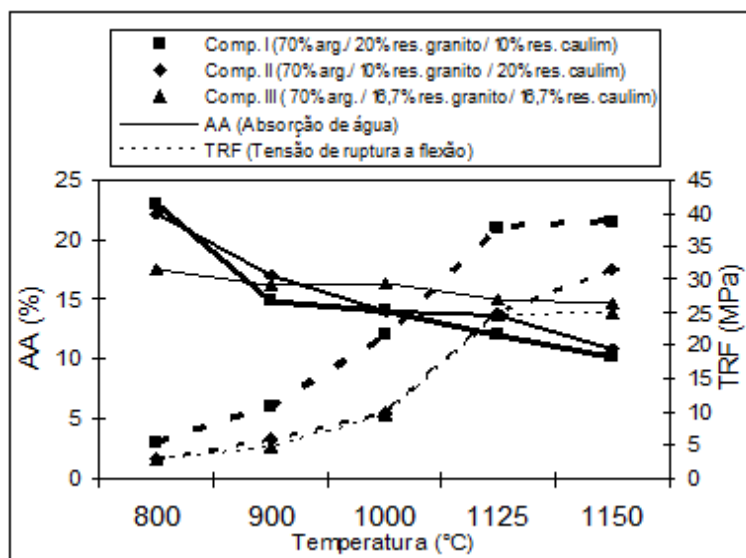


Figura 5.13: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução a fervura.

Observando os valores da Figura 5.13, verifica-se que a absorção de água dos corpos cerâmicos em estudo submetidas à indução a fervura apresentou uma redução com o aumento da temperatura, obtendo-se os melhores resultados a 1150°C. Observa-se ainda que a 800°C os resultados obtidos ultrapassam os valores máximos estabelecidos pela norma ABNT NBR 13818/1997, cuja média de valores de absorção de água não deve ser maior que 20%.

Os menores valores de absorção de água verificados com o aumento da temperatura deve-se ao fato da fase líquida diminuir a viscosidade, preenchendo os vazios entre as partículas, permitindo uma diminuição da porosidade e uma maior densificação da peça, proporcionando uma menor absorção de água.

Para a tensão de ruptura a flexão, verifica-se que nas temperaturas de 800° e 900° e 1000°C todos os corpos cerâmicos das composições apresentaram valores inferiores ao preconizado pela norma ABNT NBR 13818/1997. Enquanto para temperaturas de 1125° e 1150°C obteve-se valores que permitem classificá-los como BIII (porosos). Em geral, observou-se

que após indução por fervura houve uma pequena redução nos valores de resistência mecânica.

Comparando os valores de absorção de água obtidos após indução por fervura com os resultados alcançados sem indução, verifica-se que a fervura provocou elevação da absorção para todas as composições em estudo. Para tensão de ruptura a flexão, apenas a composição I apresentou valores semelhantes, as demais composições apresentaram um decréscimo dos valores após fervura.

Para Menezes (2003), este fato pode explicar-se devido à fervura provocar a abertura de poros que se encontravam fechados, promovendo o aumento do volume de poros e conseqüentemente a elevação da absorção de água e, por conseguinte a redução da resistência mecânica.

A Figura 5.14 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para corpos cerâmicos após indução por imersão por 60 dias.

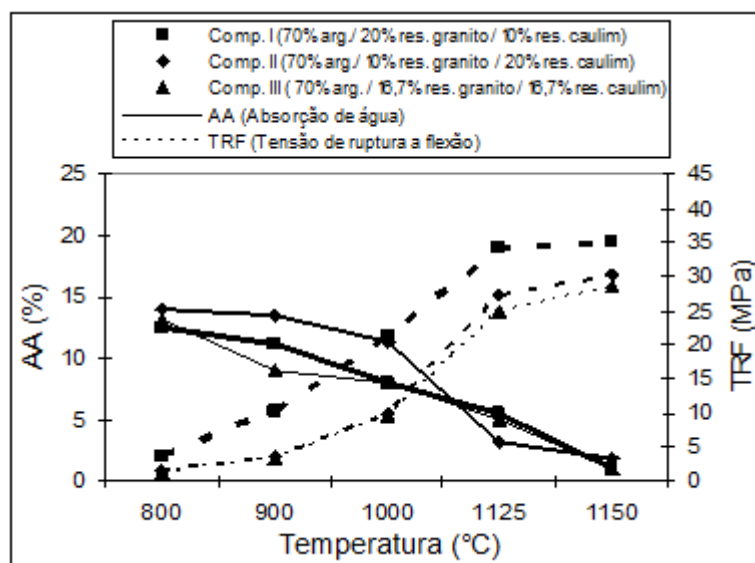


Figura 5.14: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições I, II e III submetidos à indução por imersão por 60 dias.

Observando os valores de absorção de água dos corpos cerâmicos das composições em estudo submetidos à indução por imersão por 60 dias, verifica-se que os melhores valores foram para temperatura de queima de

1150°C, entretanto deve ser mencionado que para todas as temperaturas empregadas obteve-se resultados inferiores a 20%.

Para a tensão de ruptura a flexão, os melhores resultados dos corpos cerâmicos foram obtidos para as temperaturas de queima de 1125° e 1150°C, permitindo classificá-los como BIII (poroso).

Comparando os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo com os valores estabelecidos pela norma da ABNT NBR 13818/1997, verifica-se que estes podem ser classificados como BIIb(semi-poroso) e BIII(poroso).

Verifica-se que os corpos cerâmicos da composição II apresentaram os maiores valores de absorção de água, este comportamento é justificado pela adição do resíduo de caulim promover o aumento do volume total de poros, deixando os mesmos propensos à acessibilidade da água e, por conseguinte aumentando a absorção de água. A presença de maior quantidade de sílica pode favorecer o surgimento de trincas durante o resfriamento devido à transformação de fase e alteração no volume.

Para o ensaio de indução em imersão por 60 dias os corpos cerâmicos da composição I apresentaram os melhores resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão, este fato deve-se provavelmente ao teor de resíduo de granito incorporado a massa, já que este apresenta uma melhor distribuição granulométrica permitindo um maior empacotamento e a formação de estruturas mais organizadas, além possuir em sua composição elevados teores de fundentes o que permite uma melhor sinterização, obtendo-se peças com menor volume de poros e conseqüentemente menor absorção de água e maior resistência mecânica.

Comparando os resultados de absorção de água após indução em imersão por 60 dias com os valores obtidos sem indução, verifica-se que após indução em imersão por 60 dias, os valores foram semelhantes aos obtidos sem indução. Para tensão de ruptura a flexão os corpos cerâmicos da composição I apresentaram valores semelhantes aos obtidos sem indução,

enquanto os copos cerâmicos das composições II e III apresentaram após indução em imersão por 60 dias uma redução dos valores.

De acordo com estudos realizados por Xavier et al. (2009) pode-se observar que devido as fases vítreas e cristalinas presentes nas amostras, a variação da absorção de água é menor mantendo-as mais resistentes. Os autores enfatizaram ainda que, a elevação da temperatura de queima também é responsável pela densificação do material cerâmico devido à fusão de alguns óxidos.

Analisando os resultados obtidos para os corpos cerâmicos das composições em estudo, observa-se que os corpos cerâmicos da composição I apresentaram os melhores resultados de absorção de água e tensão de ruptura á flexão.

A Figura 5.15 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura á flexão dos corpos cerâmicos da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

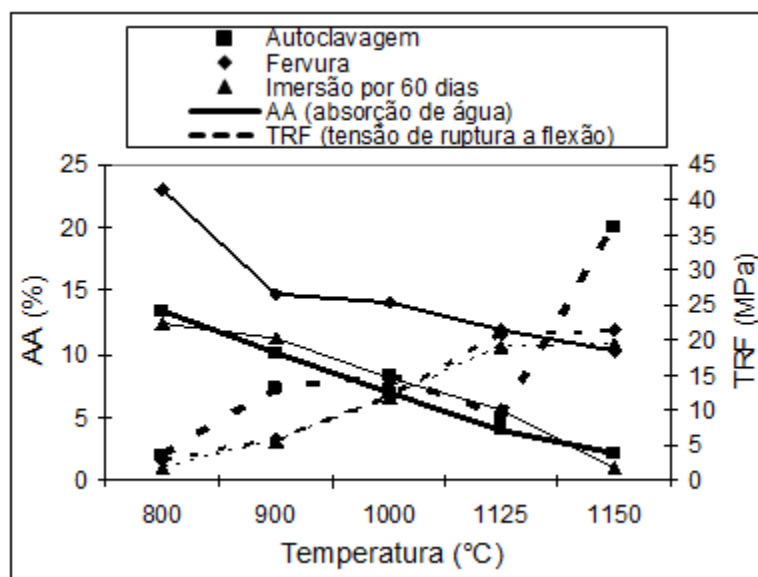


Figura 5.15: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos da composição I submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

Analisando os resultados da Figura 5.15, observa-se que após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias, os corpos cerâmicos da

composição I apresentaram menores valores de absorção de água e melhor resistência mecânica em relação aos corpos cerâmicos das demais composições. Este fato pode ser justificado devido ao teor de resíduo de granito incorporado à massa cerâmica; este é constituído majoritariamente por sílica, Al_2O_3 , CaO e Fe_2O_3 , e elevados teores de K_2O , Na_2O e MgO , agentes fundentes que possibilitam melhor sinterização, produzindo peças com reduzido volume de poros conseqüentemente menor absorção de água e maior resistência mecânica.

5.3.2 Propriedades físico-mecânicas de corpos cerâmicos extrudados

Foram determinadas as propriedades físico-mecânicas: absorção de água e tensão de ruptura á flexão (TRF) pelo método de três pontos, para corpos cerâmicos extrudados, sem indução e para corpos cerâmicos submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão por períodos de 60 dias.

A Figura 5.16 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para os corpos cerâmicos extrudados após queima nas temperaturas de 800°C, 900°C, e 1000°C.

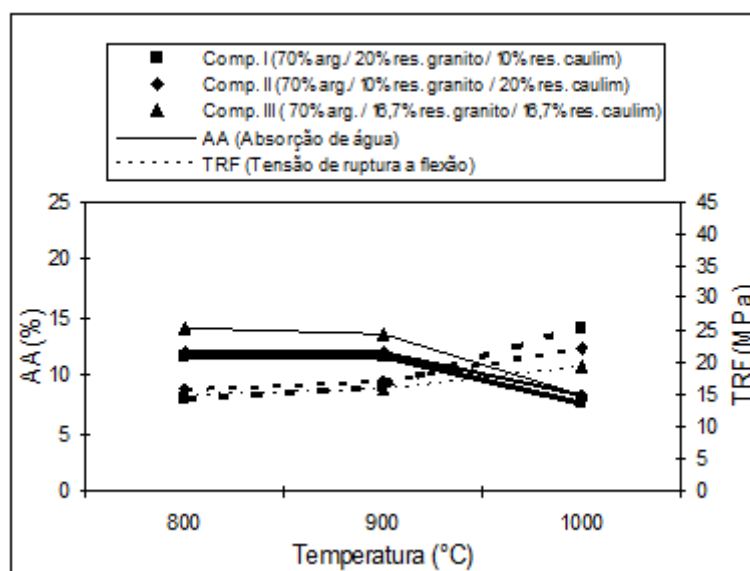


Figura 5.16: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo sem indução.

Observando a Figura 5.16, verifica-se que os melhores resultados para absorção de água e TRF foram para a temperatura de 1000°C, devido ao fato que a temperaturas de queima mais baixas um corpo cerâmico possui estrutura desorganizada gerando produtos com maior número de poros e conseqüentemente com um maior valor de absorção de água.

Os melhores resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão, foram obtidos para os corpos cerâmicos da composição I, este fato deve-se a melhor distribuição granulométrica, maior percentual de fração argila, favorecendo a sinterização, e conseqüentemente a estabilidade das propriedades absorção de água e resistência a flexão, pois a quantidade e o tamanho dos poros foram menores. Poros facilitam a penetração da água e atuam como concentradores de tensão.

Comparando os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão, com os valores propostos por Sousa Santos (1998), verifica-se que os valores foram satisfatórios para uso em cerâmica, para confecção de blocos e telhas.

A Figura 5.17 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

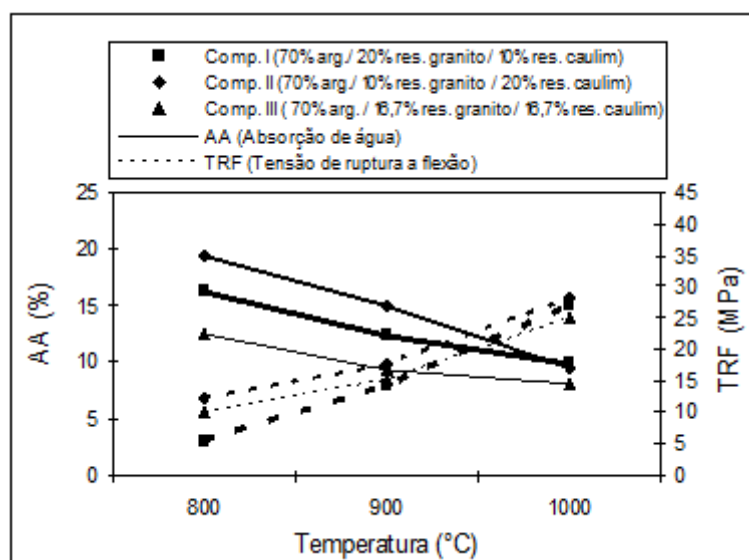


Figura 5.17: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

Analisando os resultados de absorção de água dos corpos cerâmicos das composições em estudo submetidos à indução por autoclavagem, observa-se que houve uma redução dos valores com o aumento da temperatura obtendo-se os melhores resultados a temperatura de 1000°C, porém para todas as temperaturas os valores foram inferiores a 25%.

Observa-se que os valores de absorção de água obtidos a temperatura de 800°C para os corpos cerâmicos da composição II foram considerados elevados, isto pode ser justificado pelo elevado teor de silte e areia presentes no resíduo de caulim, como também a distribuição de tamanho de partículas. Outro fato pode ser atribuído a refratariedade do resíduo que de acordo com sua composição química apresenta elevado teor de Al_2O_3 e SiO_2 .

Para a tensão de ruptura a flexão, observa-se que após autoclavagem houve um acréscimo nos valores com o aumento da temperatura, obtendo-se os melhores resultados a temperatura de queima de 1000°C, destacando-se os corpos cerâmicos das composições I e III, com teores de 20% e 16,7% de resíduos de granito.

O resíduo de granito adicionado à argila favorece a redução da absorção de água, por possuir óxidos fundentes, os quais ajudam na formação da fase vítrea e conseqüentemente na densificação dos corpos cerâmicos.

Os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão obtidos para os corpos cerâmicos das composições em estudo, submetidos à autoclavagem são considerados satisfatórios para uso em blocos e telhas, quando comparados aos valores estabelecidos por Souza Santos (1992) para absorção $\leq 25\%$ e tensão de ruptura a flexão $> 6,0\text{MPa}$.

Vieira et al. (2004) estudaram o efeito da incorporação do resíduo de granito em massas da cerâmica vermelha. Eles adicionaram até 40% do resíduo de granito a massa. Concluíram que o resíduo pode melhorar o processo de extrusão, otimizando a plasticidade; facilitando o processo de secagem através da redução de água de trabalhabilidade, assim como diminui a porosidade aberta.

Comparando os resultados obtidos para absorção de água dos corpos cerâmicos sem indução, com os resultados após indução por autoclavagem, verifica-se que houve uma elevação dos valores de absorção de água para todos os corpos cerâmicos das composições estudadas. Para tensão de ruptura a flexão observou-se que não houve variação considerável nos resultados após indução por autoclavagem.

A Figura 5.18 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

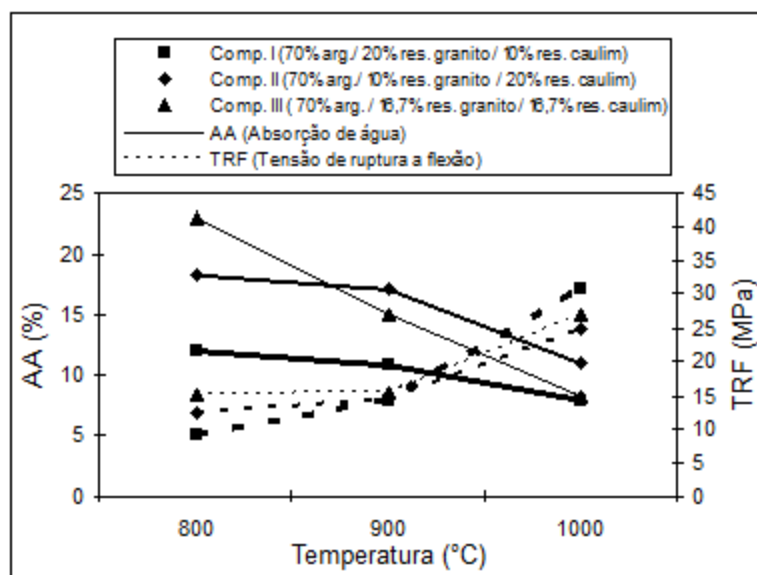


Figura 5.18: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

Analisando os resultados da Figura 5.18, verifica-se que a absorção de água dos corpos cerâmicos das composições em estudo apresentaram uma redução nos valores com o aumento da temperatura, obtendo-se os melhores resultados a 1000°C. Verifica-se que os corpos cerâmicos das composições II e III apresentaram os valores mais elevados para a absorção de água, provavelmente devido aos teores de resíduos de caulim existentes nestas composições, visto que este resíduo apresenta uma distribuição granulométrica mais grosseira o que provoca um menor empacotamento das partículas e o

surgimento de estruturas com maior porosidade contribuindo significativamente para uma maior absorção de água.

Para tensão de ruptura a flexão houve uma elevação dos valores com o aumento da temperatura, obtendo-se os melhores resultados a 1000°C, especialmente para composição I que apresenta maior teor de resíduo de granito.

Observa-se, que adições de resíduos de caulim com teores de 20%, proporcionam uma tendência de acréscimo nos valores de absorção de água e porosidade aparente. Este comportamento é justificado pelo fato de que adições de resíduos de caulim (quartzo) provocam mudanças na estrutura devido ao surgimento de trincas, deixando-os propensos a acessibilidade da água e, por conseguinte aumentando a absorção de água, especialmente a temperaturas mais baixas.

Comparando os resultados de absorção de água e tensão de ruptura a flexão das composições em estudo com os valores preconizados por Souza Santos (1992) verifica-se que os valores foram satisfatórios para uso em blocos e telhas por apresentar valores de absorção de água máximo de 25% e para tensão de ruptura a flexão, valor mínimo de 6,0MPa.

Para Castro (2008) a adição de 20% de resíduo de caulim proporcionou um ganho de resistência, porém, nesse caso não houve uma diminuição da absorção da água. Isso se deve à heterogeneidade da mistura e a presença de mica, que aumenta a porosidade e absorção do material.

Comparando os resultados obtidos para absorção de água após indução por fervura com os valores obtidos sem indução, verifica-se que a fervura provocou a elevação da absorção de água, especialmente para os corpos cerâmicos das composições I e II. Para tensão de ruptura a flexão verifica-se que nas temperaturas de 800° e 900°C, houve uma redução dos valores, porém a 1000°C apenas os corpos cerâmicos da composição II apresentaram valores semelhantes aos obtidos sem indução, os demais corpos cerâmicos

das composições em estudo apresentaram uma pequena elevação após fervura.

A Figura 5.19 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão para corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

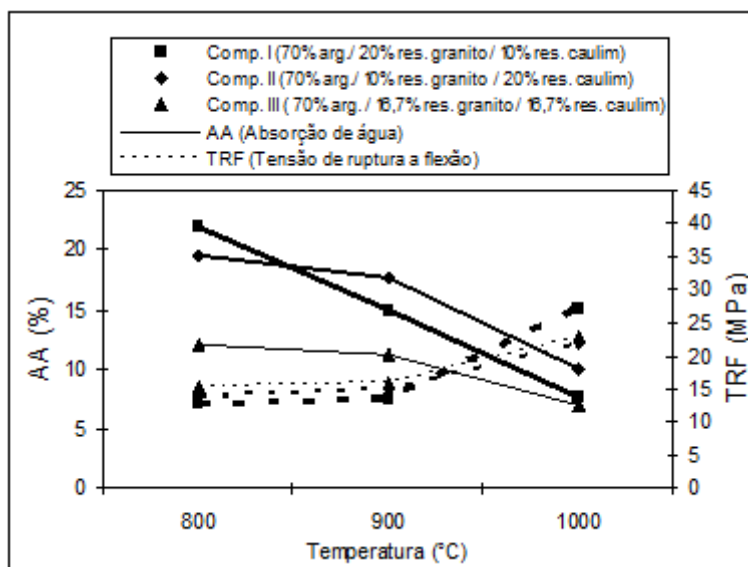


Figura 5.19: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

Analisando os resultados de absorção de água (Fig. 5.19) dos corpos cerâmicos das composições em estudo submetidas à indução em imersão por 60 dias, observa-se uma redução dos valores com o aumento da temperatura de queima, proporcionando os melhores resultados a temperatura de 1000°C, destacando-se os corpos cerâmicos da composição III que apresentaram os menores valores para todas as temperaturas em estudo. Para a tensão de ruptura a flexão, houve elevação dos valores com o aumento da temperatura, obtendo-se os melhores resultados a 1000°C, porém para todas as temperaturas os resultados obtidos foram satisfatórios para uso em blocos e telhas por ter apresentado valores superiores a 6,0MPa.

Silva (2007) observou que a adição do resíduo de granito à argila em teores inferiores a 20%, favorece a redução da absorção de água, por possuir óxidos fundentes, os quais ajudam na formação da fase vítrea e

conseqüentemente na densificação dos corpos cerâmicos, especialmente quando se realizam queimas a temperaturas de 1000°C ou superiores.

Comparando os resultados obtidos para absorção de água dos corpos cerâmicos submetidos à indução em imersão por 60 dias com corpos cerâmicos sem indução, verifica-se que houve uma elevação nos valores para os corpos cerâmicos de todas as composições em estudo. Para tensão de ruptura a flexão verifica-se que nas temperaturas de 800° e 900°C ocorre uma redução dos valores, porém a 1000°C, apenas os corpos cerâmicos da composição III apresentaram valores semelhantes aos obtidos sem indução, as demais composições apresentaram uma elevação nos valores, especialmente para os corpos cerâmicos da composição I.

Analisando os resultados obtidos para absorção de água e tensão de ruptura a flexão dos blocos, observa-se que os corpos cerâmicos da composição I apresentaram os melhores resultados.

A Figura 5.20 apresenta os valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

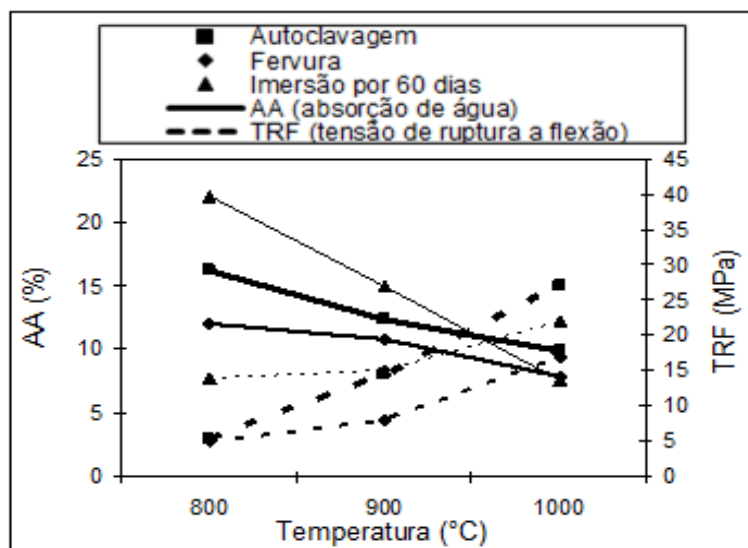


Figura 5.20: Absorção de água e tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias

De acordo com a Figura 5.20 observa-se que após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias, os corpos cerâmicos da composição I apresentaram os melhores resultados para absorção de água e resistência mecânica, especialmente a temperatura de queima de 1000°C, este fato deve-se provavelmente ao teor de resíduo de granito incorporado a massa, já que este apresenta uma melhor distribuição granulométrica e a formação de estruturas mais organizadas.

5.4 Determinação da EPU

Foram determinados os valores de expansão por umidade para corpos cerâmicos prensados e extrudados sem e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

5.4.1 Expansão por Umidade de corpos cerâmicos prensados

A Figura 5.21 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para corpos cerâmicos das composições em estudo sem indução.

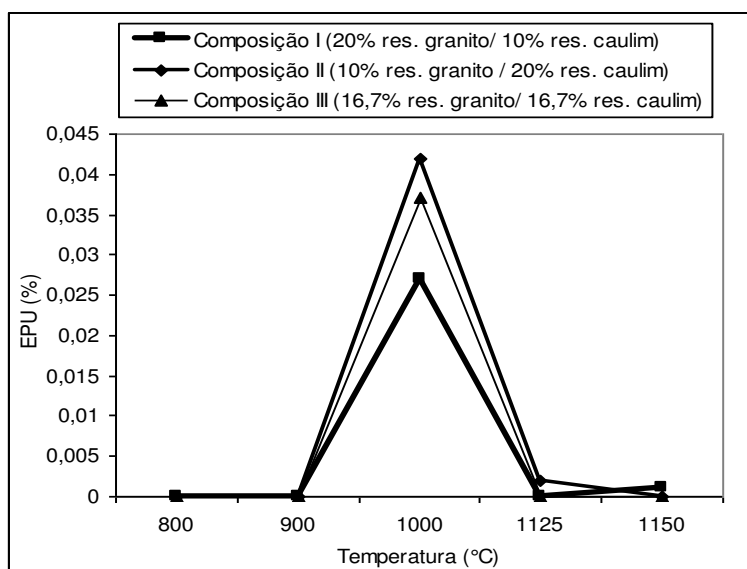


Figura 5.21: EPU de corpos cerâmicos das composições em estudo sem indução.

Analisando a Figura 5.21, observa-se que os corpos cerâmicos das composições em estudo apresentaram EPU nula a temperatura de 800° e 900°C, aumentando gradualmente até atingir um máximo a temperatura de 1000°C, e em seguida apresentando uma redução com a elevação da temperatura de queima.

Este fato deve-se especialmente, as fases presentes no corpo cerâmico. Os corpos cerâmicos apresentam estrutura altamente porosa, quando submetidos a temperaturas baixas, a porosidade favorece a penetração de água, todavia sem necessariamente a presença de fases amorfas ou vítreas. Com a elevação da temperatura de queima ocorre um gradual aumento do teor de fase vítrea com o 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.

Smith (1955) atribui o intervalo com maiores valores de EPU à formação de um espinélio de alumínio e silício com liberação de sílica amorfa a aproximadamente 925°C e à transformação do espinélio em mulita, com mais liberação de sílica amorfa na faixa de temperatura entre 1050° e 1100°C. No entanto a formação da fase espinélio só foi observada em caulinitas bem cristalizadas. Ao que tudo indica, a única certeza está no fato de haver a formação de uma fase amorfa durante o aquecimento que é responsável pelo pico de EPU.

Para os corpos cerâmicos das composições em estudo, observa-se que apenas à temperatura de 1000°C obteve-se valor de EPU superior ao recomendado que é de 0,06mm/m. Para as demais temperaturas os valores alcançados foram inferiores ao estabelecido pela norma da ABNT NBR13818/1997.

A Figura 5.22 apresenta valores de EPU em função da temperatura de queima para corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

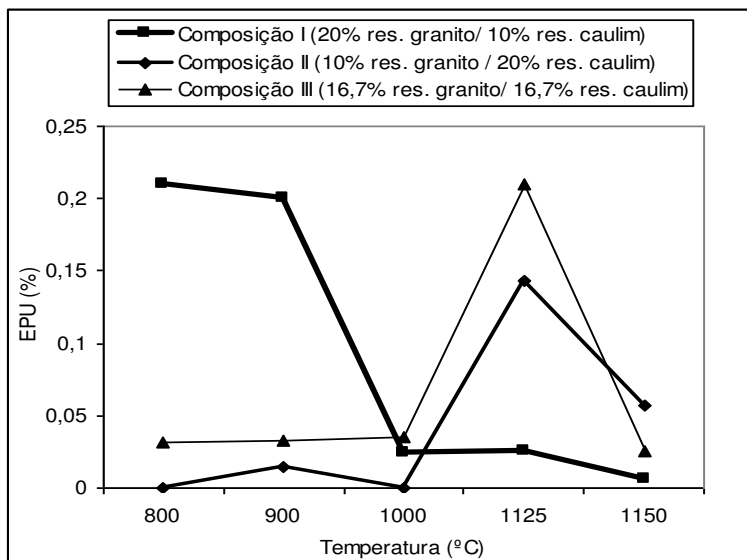


Figura 5.22: EPU dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

Observando a Figura 5.22, verifica-se que os corpos cerâmicos da composição I apresentaram valores de EPU elevados nas temperaturas de 800° e 900°C. Para as demais temperaturas em estudo obteve-se valores de EPU satisfatórios quando comparados ao valor limite de 0,6mm/m (0,06%), estabelecido pela norma da ABNT NBR 13818/1997 para revestimentos cerâmicos.

Para os corpos cerâmicos das composições II e III, constata-se que apenas à temperatura de 1125°C obteve-se valor de EPU superior ao recomendado, estando associado à presença de fase vítrea. Para as demais temperaturas os valores alcançados foram inferiores ao estabelecido pela norma da ABNT NBR13818/1997.

Comparando os resultados obtidos para corpos cerâmicos após indução por autoclavagem com corpos cerâmicos sem indução, percebe-se que há um acréscimo considerável nos valores de EPU, isto é uma tendência praticamente universal, pois, 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.

Este fato já foi constatado em estudos anteriores realizados por Menezes et al. (2006), os quais admitem que a ordem de grandeza da EPU em um determinado momento está correlacionada com a quantidade de água adsorvida até o instante considerado, indiretamente admitiram o aumento de tal fenômeno expansivo após a ação da autoclavagem, já que este processo aumenta o teor de água adsorvida proveniente de vapores, através da elevação de temperatura e pressão transmitidas ao corpo cerâmico considerado.

O efeito combinado de fase vítrea e composição mineralógica foi bem evidenciado por Vaughan e Dinsdale (1962) que mostraram a variação da área específica e da EPU (determinada por autoclavagem) com o aumento da temperatura de queima. Estes autores verificaram que ocorria uma redução da superfície específica com o aumento da temperatura, devido à vitrificação do corpo, ao passo que a EPU inicialmente se elevava e em seguida decrescia com o aumento da temperatura. O aumento inicial da EPU foi atribuído a modificações da composição mineralógica que resultaram em fases potencialmente mais expansivas, enquanto que o decréscimo posterior foi atribuído à diminuição da superfície específica (proporcionada pelo aumento de fase vítrea).

A Figura 5.23 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

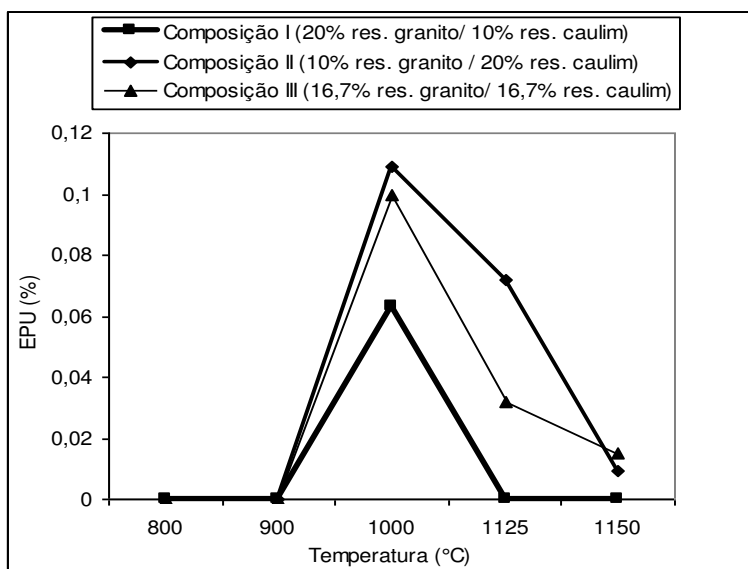


Figura 5.23: EPU dos corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

Observando a Figura 5.23, verifica-se que após indução por fervura os corpos cerâmicos da composição I apresentaram EPU superior ao limite preconizado pela norma da ABNT NBR 13818/1997 apenas a temperatura de 1000°C, para as demais temperaturas em estudo obteve-se EPU nula.

Para os corpos cerâmicos das composições II e III, verifica-se que os menores resultados de EPU foram obtidos à temperatura de 800°, 900° e 1150°C, observa-se ainda que a 1000°C estas composições apresentaram valores de EPU considerados elevados quando comparados aos especificados pela norma da ABNT NBR 13818/1997, que estabelece um valor mínimo de EPU de 0,6mm/m (0,6%) para revestimentos cerâmicos.

Comparando os valores de EPU obtidos após indução por fervura com os resultados obtidos para corpos cerâmicos sem indução, verifica-se que a fervura provocou uma elevação de EPU para todas as composições, especialmente nas temperaturas de 1000°, 1125° e 1150°C, chegando-se a obter valores superiores aos especificados, sobretudo para composições II e III.

Os resultados de EPU (%) obtidos para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem, fervura e imersão, são semelhantes aos resultados obtidos em estudos realizados por Campos

(2002), para amostras de massas plásticas para cerâmica vermelha e também por Medeiros (2009), para amostras de massas industriais e argilas plásticas sem e com incorporação de quartzo. Pode-se observar valores de EPU mínimos para as temperaturas de 800° e 900°C, apresentando em seguida um aumento considerável, especialmente para os corpos cerâmicos das composições II e III, atingindo EPU elevadas e em seguida reduzindo os valores até atingir um mínimo a 1150°C.

Os elevados valores de EPU obtidos a temperatura de 1000°C deve-se provavelmente a materiais cuja queima não atingiu a maturação ótima, quando a queima é insuficiente (em temperatura ou tempo), o material apresenta-se altamente poroso (o que implica alta absorção), mas não contém fases amorfas (que conduzem a elevadas EPU); com o desenvolvimento da queima, há rearranjos na estrutura, a formação de fases amorfas (resultantes de decomposições de fases presentes no corpo cerâmico) e o início da formação de fase líquida, o que pode contribuir para a diminuição da porosidade e absorção, mas também pode promover um aumento gradual da EPU, já que as fases cristalinas são as menos susceptíveis a esse fenômeno. Com o aumento da temperatura de queima, os materiais atingem, ou se aproximam da maturação: com a consolidação progressiva do corpo cerâmico, tende a haver uma diminuição simultânea da porosidade do material e da EPU, essencialmente por dois motivos: as fases amorfas formadas anteriormente tendem a reagir transformando-se em cristalinas e/ou vítreas; e há o aumento da quantidade de fase líquida no material, que passa a ter um efeito mais significativo na diminuição da porosidade do material (e conseqüentemente na sua absorção de água), proporcionando uma menor acessibilidade à água e, por fim, menor EPU.

A Figura 5.24 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

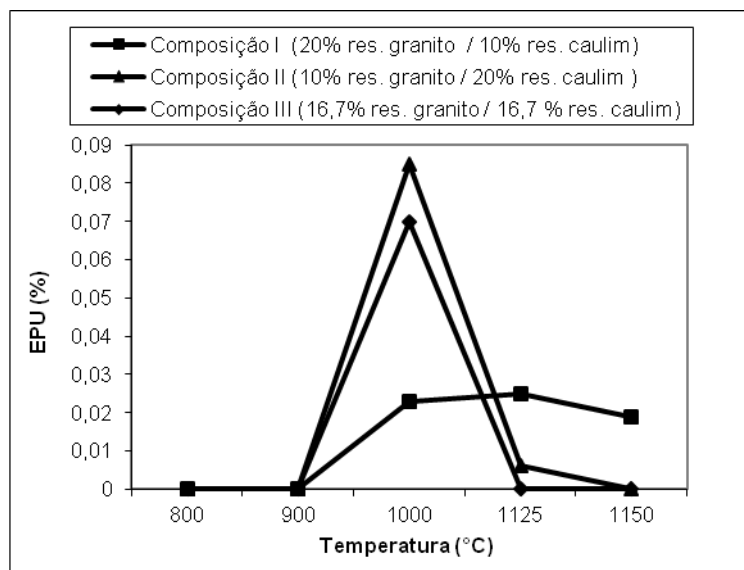


Figura 5.24: EPU de corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

Analisando a Figura 5.24, observa-se que nas temperaturas de 800° e 900°C, os corpos cerâmicos das composições em estudo apresentaram EPU nula após indução em imersão por 60 dias.

Para os corpos cerâmicos das composições II e III, observa-se um comportamento semelhante para todas as temperaturas em estudo, obtendo-se a 1000°C EPU superior ao estabelecido pela norma da ABNT NBR 13818/1997.

Os corpos cerâmicos da composição I apresentaram EPUs consideradas satisfatórias para todas as temperaturas em estudo, atendendo as especificações da norma da ABNT NBR 13818/1997 que estabelece um limite de 0,06% para revestimentos cerâmicos.

Comparando os valores de EPU obtidos para os corpos cerâmicos após indução em imersão por 60 dias com os valores obtidos sem indução, verifica-se que ha uma elevação da EPU a 1000°C, especialmente para corpos cerâmicos das composições I e III, obtendo-se valores superiores ao especificado. Para os corpos cerâmicos da composição II, ha uma elevação de

EPU nas temperaturas de 1125° e 1150°C, porém não superior ao limite especificado pela norma ABNT NBR 13818/1997.

Medeiros (2008) afirma que, a adição do quartzo finamente moído em diferentes teores acarreta, em geral, um leve aumento na EPU, o que confirma os estudos de Young e Brownell.

5.4.2 Expansão por Umidade de corpos cerâmicos extrudados

A Figura 5.25 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos sem indução.

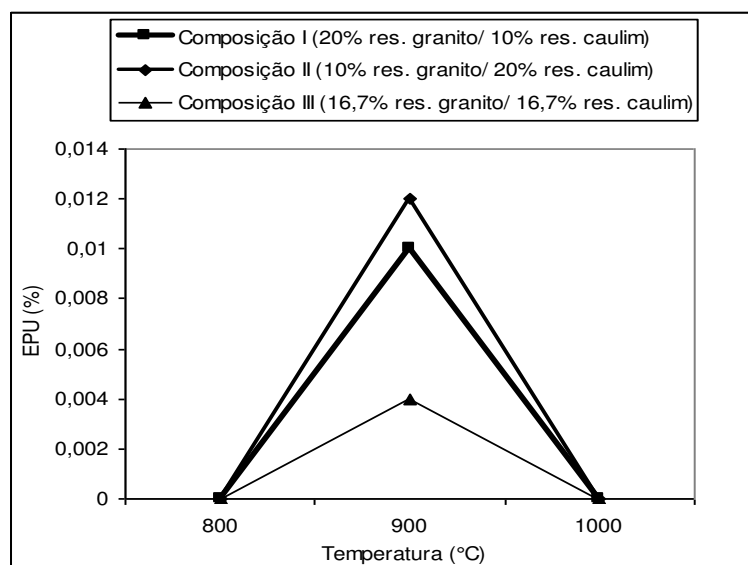


Figura 5.25: EPU dos corpos cerâmicos das composições em estudo sem indução.

Observando a Figura 5.25, verifica-se que os corpos cerâmicos sem indução apresentaram EPUs nulas nas temperaturas de queima de 800° e 1000°C, enquanto para temperatura de queima de 900°C obteve-se EPU elevada especialmente para corpos cerâmicos das composições I e II.

Os resultados obtidos para EPU de corpos cerâmicos sem indução foram semelhantes aos resultados obtidos por Andrade (2009), ao estudar amostras de cerâmica vermelha.

A Figura 5.26 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

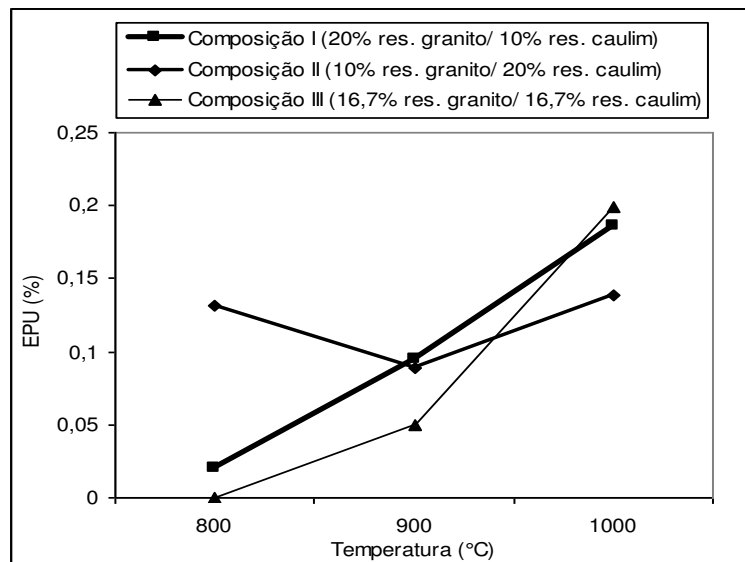


Figura 5.26: EPU de corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem.

Analisando a Figura 5.26, observa-se que após indução por autoclavagem os corpos cerâmicos apresentaram elevação da EPU com aumento da temperatura de queima, com exceção dos corpos cerâmicos da composição II para temperatura de queima a 900°C.

Comparando os valores de EPU obtidos, com as especificações da Norma da ASTM C-37088 (2006), verifica-se que os valores de EPU para temperatura de queima de 800°C foram inferiores ao estabelecido pela norma que é de 0,03% para blocos.

Para temperatura de 1000°C, os corpos cerâmicos das composições em estudo apresentaram valores de EPU superiores ao limite proposto pela norma da ASTM C370/88(2006), resultados semelhantes foram obtidos por Andrade et al. (2011), ao estudar massas cauliniticas, verificou-se que o máximo de EPU ocorreu em aproximadamente 900°C, independentemente do ensaio de indução utilizado, o que está associado ao mecanismo de destruição da caulinita e formação de fases amorfas com o aquecimento, o que é um fator

preocupante, já que a maioria das indústrias de cerâmica vermelha utiliza esta temperatura para queima, ou valores próximos, causando assim um sério risco às construções com alvenarias cujas condições de uso favoreçam e/ou potencializem o desenvolvimento da EPU.

Os ensaios com tratamento em autoclave são bem mais severos, provocando, com isso, um acréscimo da EPU, com relação aos corpos cerâmicos sem indução, à medida que aumenta a temperatura de queima.

Medeiros (2008) em estudos sobre a influência do quartzo na EPU e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos cerâmicos observou que, para todas as amostras, a temperatura de queima de 900°C foi a que apresentou os maiores valores de EPU, acima do limite proposto pela norma para blocos cerâmicos, podendo-se concluir que nesta temperatura ocorre à formação de uma fase amorfa altamente reativa.

Comparando os resultados de EPU obtidos para corpos cerâmicos após indução por autoclavagem, com a EPU de corpos cerâmicos sem indução, observa-se que há um acréscimo dos valores após a autoclavagem, pois este processo aumenta o teor de água adsorvida proveniente de vapores, através da elevação de temperatura e pressão transmitidas ao corpo cerâmico considerado, conseqüentemente aumentando a EPU.

A adição de resíduos de caulim ocasiona uma elevação da EPU, especialmente quando do ensaio de autoclave, este fato é justificado, devido ao teor de caulinita presente no resíduo e de mica que devido a sua forma lamelar, diminui a densidade do corpo cerâmico, criando vazios na estrutura e aumentando a porosidade e, conseqüentemente sua absorção, permitindo a formação de uma grande proporção de fase vítrea, promovendo o aumento da EPU.

A Figura 5.27 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

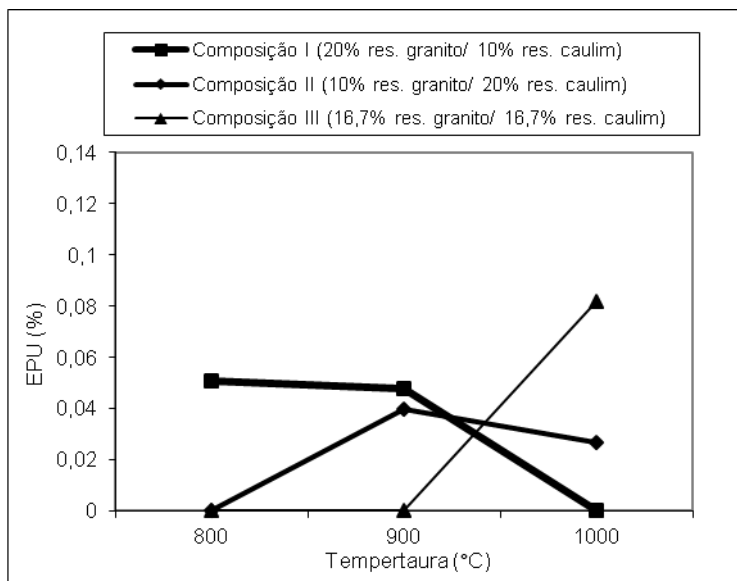


Figura 5.27: EPU de corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por fervura.

Analisando a Figura 5.27, para corpos cerâmicos da composição I, observa-se que os valores de EPU nas temperaturas de 800° e 900°C após indução por fervura, são ligeiramente superiores ao limite de 0,3 mm/m (0,03%) proposto pela especificação, enquanto a temperatura de 1000°C obteve-se EPU nula, evidenciando que quanto maior temperatura de sinterização menor expansão por umidade, provavelmente devido a uma maior proporção de fases cristalinas na constituição dos corpos cerâmicos.

Baixas temperaturas de sinterização ou ciclos de sinterização muito curtos podem favorecer a permanência de alguns compostos resultantes dos argilominerais na fase amorfa. Devido a isto, corpos cerâmicos sinterizados em temperaturas mais altas tendem a apresentar menor EPU.

Para os corpos cerâmicos da composição II na temperatura de queima de 900°C, os valores de EPU foram superiores ao estabelecido pela norma.

Para os corpos cerâmicos da composição III, os valores de EPU foram nulos para as temperaturas de 800° e 900°C, e apenas para 1000°C obteve-se

valor de EPU superior ao limite de 0,3mm/m (0,3%) estabelecido pela norma C370-88(2006).

Comparando os resultados de EPU obtidos para corpos cerâmicos após indução por fervura com os valores obtidos sem indução verifica-se que os corpos cerâmicos da composição I apresentaram acréscimo da EPU a 800°C e 900°C. Para composição II houve uma elevação da EPU nas temperaturas de 900° e 1000°C, resultando em EPU's superiores a 0,3mm/m. Os corpos cerâmicos da composição III apresentaram um aumento da EPU apenas para temperatura de 1000°C.

Estudos realizados por Menezes et al., (2006), em composições com percentuais variados de caulinita, mica e quartzo a fim de correlacionar a composição com a EPU, principalmente no que se refere aos teores de mica. Assim, observou-se que com o aumento do conteúdo de mica e da temperatura, o total de material cristalino diminuiu, havendo um aumento da fase vítrea. O aumento na fase vítrea com o aumento da quantidade de mica reflete-se nas propriedades cerâmicas que apresentam um aumento de retração. Todavia, o que chama mais atenção para a análise de corpos contendo alto teor de mica são os resultados aparentemente contraditórios que podem ser obtidos quando da medição da EPU sofrida pelo produto, dependendo da sua temperatura de queima.

A Figura 5.28 apresenta os valores de EPU em função da temperatura de queima para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

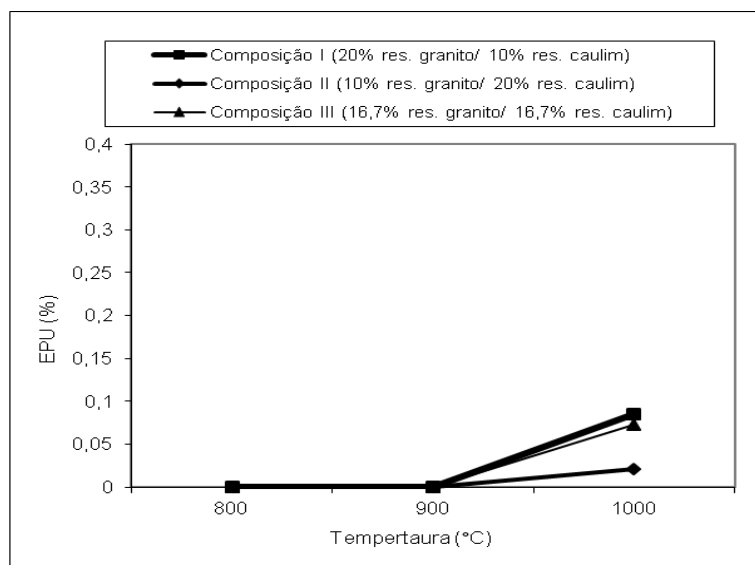


Figura 5.28: EPU de corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias.

Observando os resultados de EPU (Figura 5.28), para corpos cerâmicos das composições em estudo após indução em imersão por 60 dias, verifica-se que os valores foram nulos para as temperaturas de 800° e 900°C, porém a 1000°C, os valores foram superiores ao estabelecido pela norma da ASTM C370 88(2006), provavelmente, deve-se ao fato que, a baixas temperaturas de queima, um corpo cerâmico apresenta estrutura altamente porosa, propensa à penetração de água, no entanto sem necessariamente a presença de fases amorfas ou vítreas. Com a elevação da temperatura de queima ocorre um gradual aumento do teor de fase vítrea com o preenchimento dos poros e também a formação de fases amorfas (oriundas de reações no corpo cerâmico), com isto, ocorre uma elevação da EPU.

Comparando os resultados de EPU após indução por imersão de 60 dias com os valores obtidos sem indução, verifica-se que apenas para temperatura de 1000°C houve elevação dos valores, para as demais temperaturas os resultados obtidos foram semelhantes.

Estudos realizados por Grimm (1983) evidenciaram que corpos compostos por misturas de caulinita, quartzo e mica, foi observada uma diminuição do conteúdo de quartzo com o aumento de mica moscovita, devido

a reação entre o quartzo e a fase vítrea presente (associada, em muito, a presença de potássio, oriundo da mica). A fase vítrea formada nessa reação parece ser uma mistura de silicatos amorfos de ferro, alumínio e potássio e encontra-se circundando as partículas de quartzo. A matriz vítrea circundante das partículas de quartzo tem uma expansão térmica diferente da expansão das partículas de quartzo e isso leva a tensões durante o resfriamento, chegando a haver a separação entre o quartzo e a matriz, provocando a formação de microtrincas ao redor do quartzo. Assim, o fenômeno de adsorção de umidade pelo material amorfo é influenciado pela possibilidade de formação de microtrincas no produto, o que permitiria uma penetração mais intensa da água, aumentando o grau de EPU.

5.5 Correlação entre EPU e tensão de ruptura a flexão (TRF)

5.5.1 EPU versus tensão de ruptura a flexão (revestimentos)

A Figura 5.29(a, b e c) apresenta os valores de EPU em função da tensão de ruptura à flexão para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

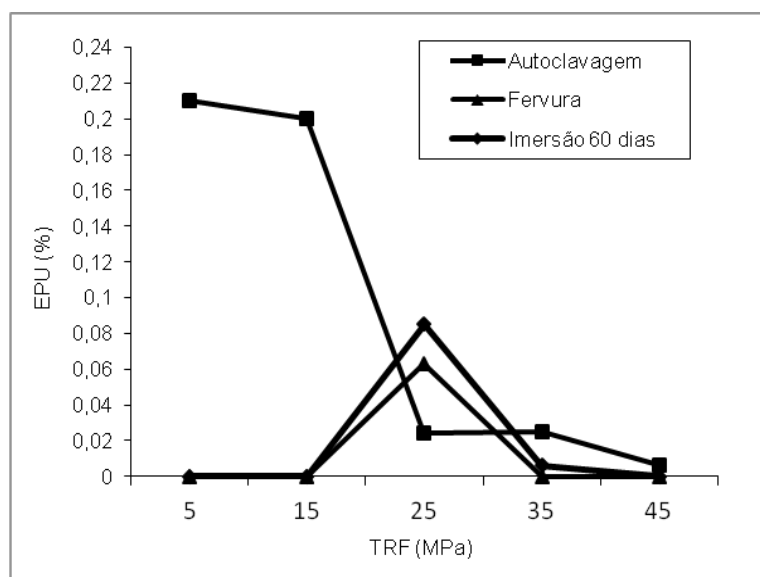


Figura 5.29(a): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

De acordo com a Figura 5.29a, observa-se que os corpos cerâmicos da composição I submetidos à indução por autoclavagem apresentaram uma redução da resistência mecânica com o aumento da EPU. Os corpos cerâmicos submetidos à indução por fervura e imersão por 60 dias, apresentaram comportamento semelhante, porém apenas aqueles submetidos à indução em imersão por 60 dias apresentaram EPU ligeiramente superior ao estabelecido pela norma da ABNT NBR 13818/1997.

Segundo Andrade et al., (2011) a reatividade das fases cerâmicas presentes nos corpos cerâmicos com relação a água depende menos do tipo de ensaio de indução utilizado, no entanto, a autoclavagem ainda provoca as maiores EPU.

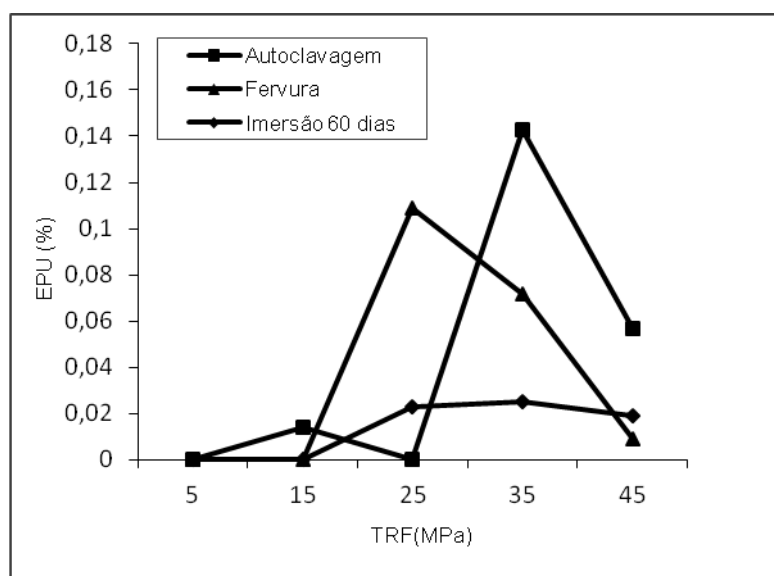


Figura 5.29(b): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição II após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

Para os corpos cerâmicos da composição II, Figura (5.29b), Pode-se observar em todas as curvas que a EPU comportou-se como indicado por (Menezes, 2006; Milne, 1992), decréscimo, seguido por um máximo e novo decréscimo com o aumento da resistência mecânica, independentemente da condição de indução utilizada, destacando que apenas o método de indução em imersão por 60 dias obteve-se EPU inferiores ao estabelecido pela norma

da ABNT NBR 13818/1997 que é de 0,6mm/m (0,6%) para revestimentos cerâmicos.

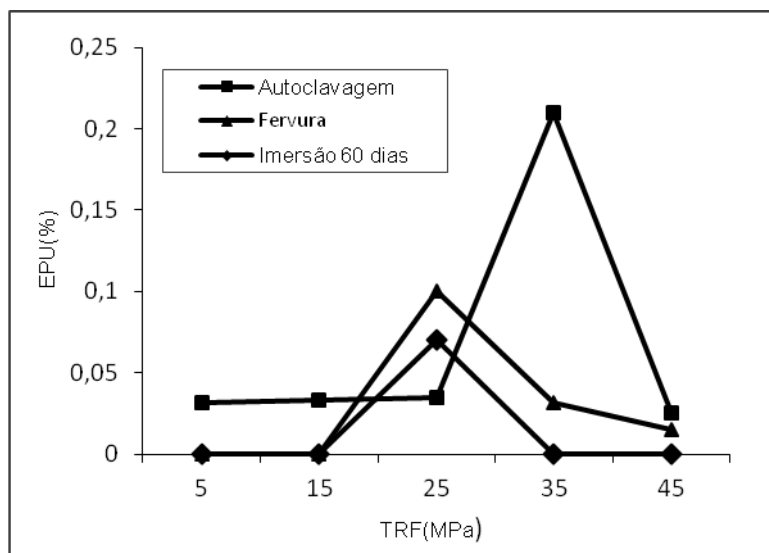


Figura 5.29(c): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição III após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

De acordo com a (Figura 5.29c), observa-se que os corpos cerâmicos submetidos aos ensaios de indução por fervura e imersão por 60 dias evidenciaram baixa reatividade entre a água e as fases existentes nos corpos cerâmicos, apresentando EPU's nulas ou ligeiramente superiores ao estabelecido pela norma. Os corpos cerâmicos submetidos à indução por autoclavagem apresentaram valores inferiores ao estabelecido pela norma, no entanto também originou valor significativamente superior ao preconizado pela norma da ABNT NBR 13818/1997 (superior 0,06%) para revestimentos cerâmicos, assinalando que a autoclavagem ainda provoca as maiores EPU's.

5.5.2 EPU versus tensão de ruptura a flexão (blocos cerâmicos)

A Figura 5.30(a, b e c) apresenta os valores de EPU em função da tensão de ruptura à flexão para os corpos cerâmicos das composições em estudo após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

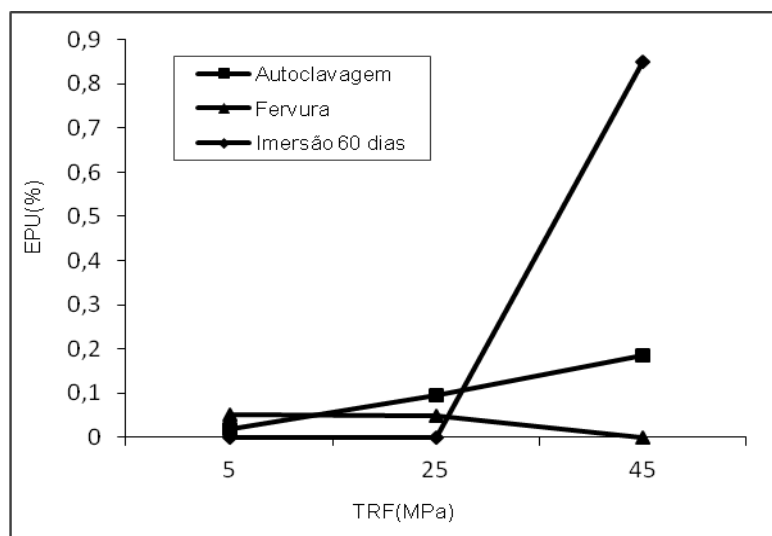


Figura 5.30(a): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição I após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

Observando a (Figura 5.30a), verifica-se que os corpos cerâmicos da composição I apresentaram após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias, um ligeiro acréscimo na resistência mecânica com o aumento da EPU. Apenas os corpos cerâmicos submetidos à imersão por 60 dias apresentaram EPU superior ao limite estabelecido pela normalização australiana para blocos cerâmicos.

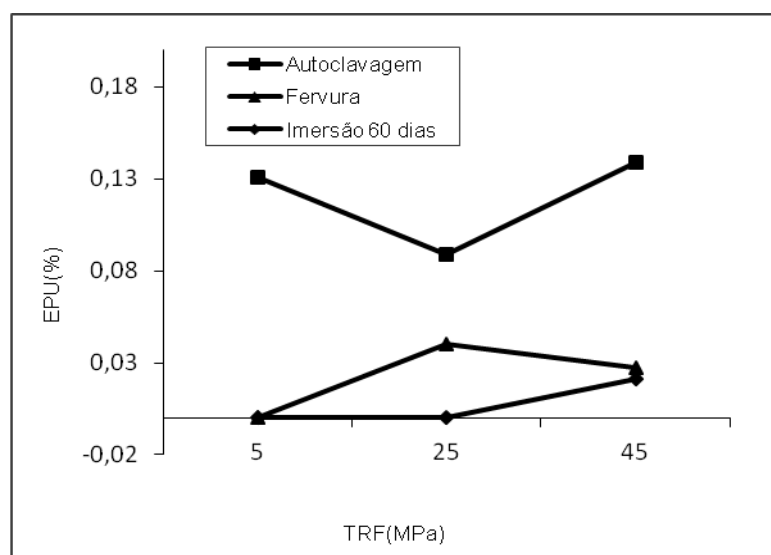


Figura 5.30(b): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição II após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

Para os corpos cerâmicos da composição II (Figura 5.30b), observa-se que a indução por fervura e imersão por 60 dias apresentou um acréscimo seguido de um decréscimo significativo da resistência mecânica com o aumento da EPU, ao contrário dos corpos cerâmicos submetidos à autoclavagem, os quais apresentaram valores de EPU superiores ao limite de 0,03mm/m (0,3%), estabelecido pela norma Australiana C-370(88)/2006. Essas ressalvas indicam que o comportamento da tensão de ruptura frente à EPU depende do material analisado e, por conseguinte, provavelmente, da sua composição mineralógica e características microestruturais após queima.

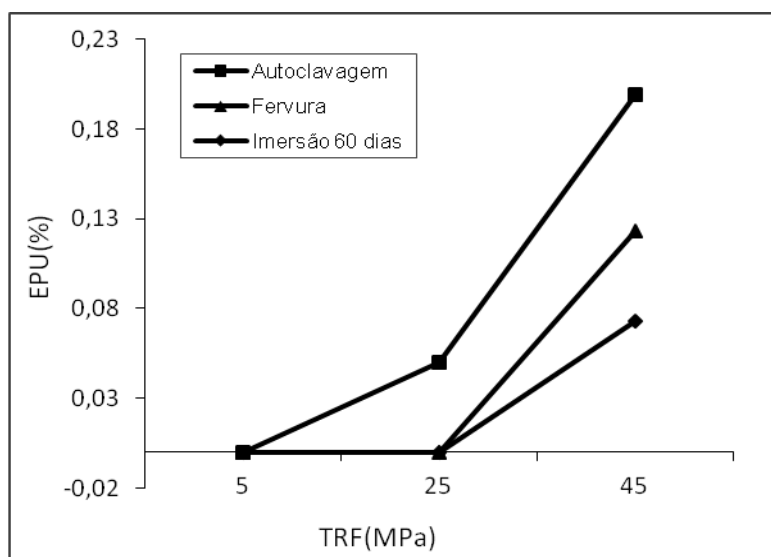


Figura 5.30(c): EPU versus tensão de ruptura a flexão de corpos cerâmicos da composição III após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

Para os corpos cerâmicos da composição III, observa-se, de forma geral, um acréscimo da resistência mecânica com o aumento da EPU, e, com o aumento da severidade do ensaio de indução a EPU. Observa-se ainda que os valores de EPU mais elevados foram obtidos para os corpos cerâmicos submetidos a indução por autoclavagem, fundamentalmente devido os ensaios em autoclave serem bem mais severos. O ensaio de indução por fervura pode conduzir a um aumento da porosidade dos corpos cerâmicos particularmente por se tratarem de materiais para blocos e telhas, os quais são queimados em baixas temperaturas.

5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura

5.6.1 Microscopia eletrônica de varredura (revestimentos)

Realizou-se microscopia eletrônica de varredura (MEV) de corpos cerâmicos prensados sinterizados a 1150°C.

A Figura 5.31 apresenta as micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição I, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias

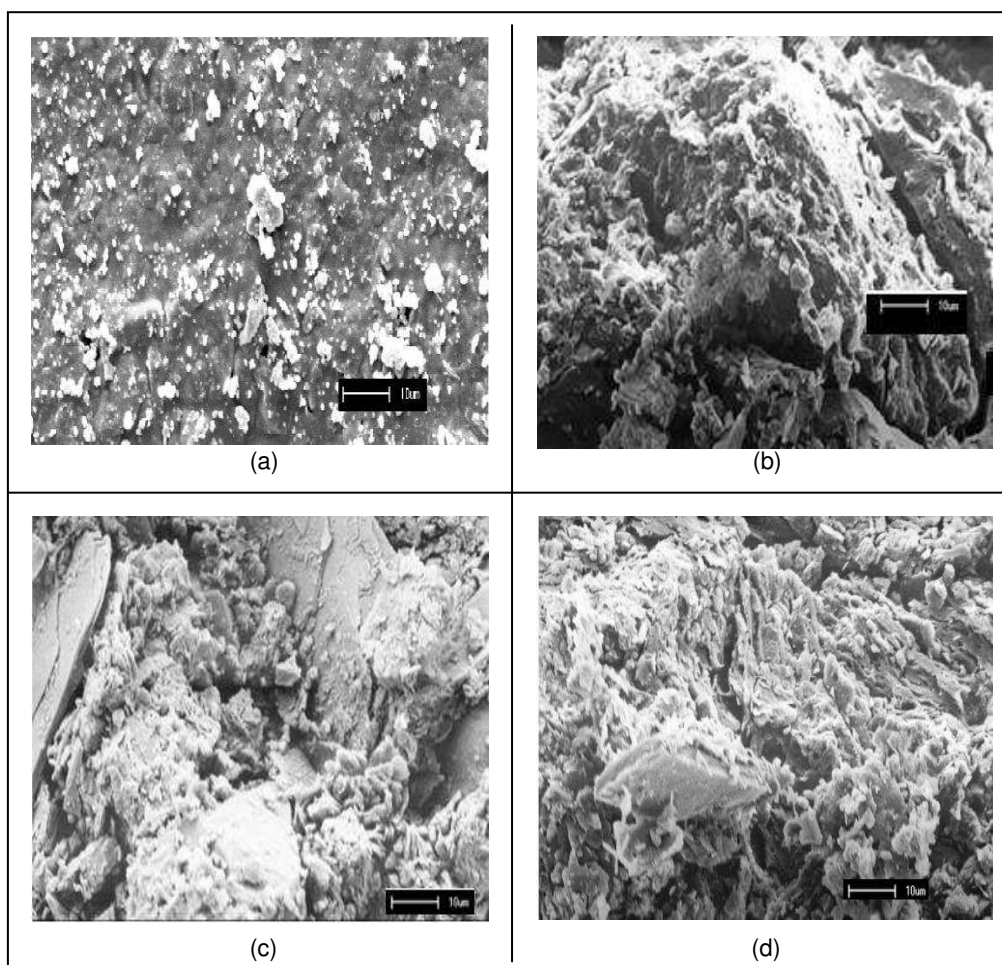


Figura 5.31 - Micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição I. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

De acordo com a Figura 5.31 (a), observa-se que a amostra do corpo cerâmico sem indução apresenta estrutura densificada, presença de poros

arredondados, e partículas que podem ser de quartzo. Para as amostras dos corpos cerâmicos submetidas à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (Fig. 5.31b, c e d), observa-se superfície ligeiramente rugosa, com fases vitrificadas com partículas de quartzo e alguma porosidade, além de regiões de feldspato parcialmente dissolvidos.

A Figura 5.32 apresenta as micrografias das amostras de corpos cerâmicos da composição II, sem indução, após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

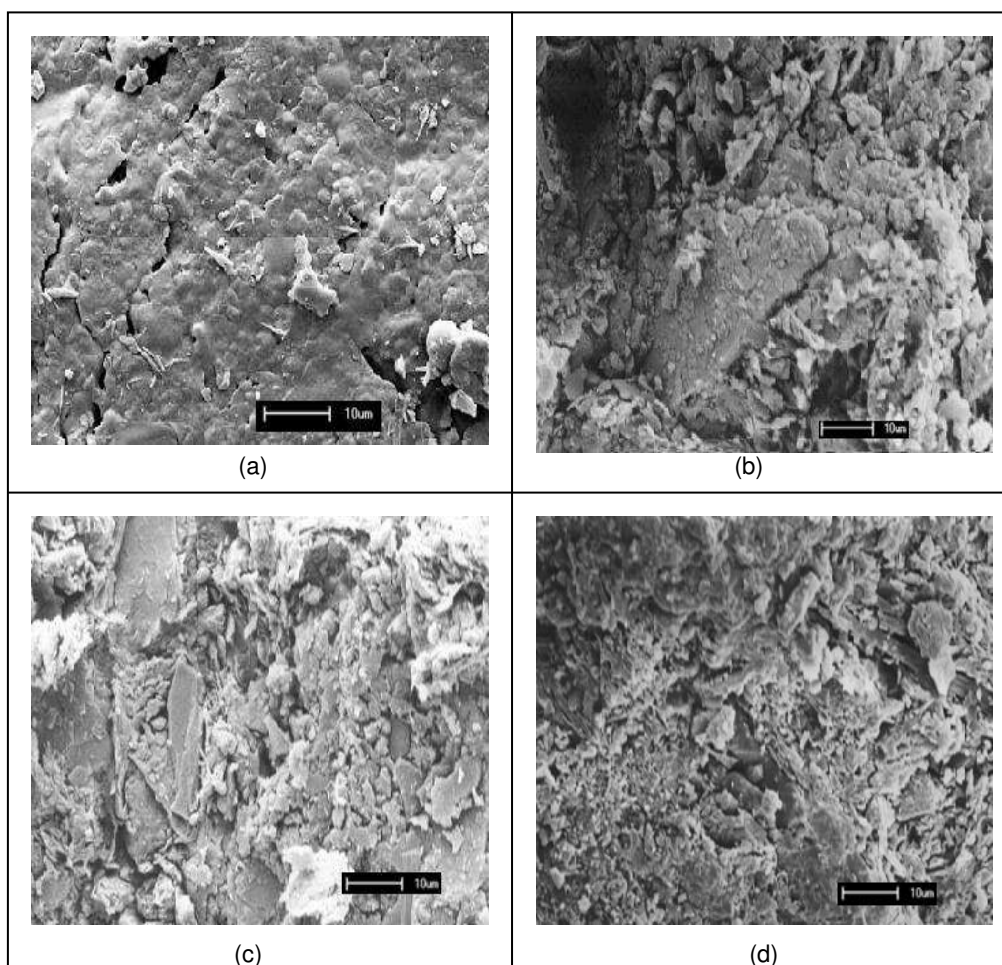


Figura 5.32 - Micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição II. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

De acordo com a Figura 5.32(a), observa-se que a amostra do corpo cerâmico sem indução apresenta estrutura bem densificada, presença de

trincas, agulhas de mulita e poucos poros; para os corpos cerâmicos submetidos à autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (Fig. 5.32b,c e d) observa-se partículas dispersas na matriz, presença de poros indicando que ocorreu pouca formação de fase líquida durante a sinterização e impurezas.

A Figura 5.33 apresenta as micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição III, sem indução, após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

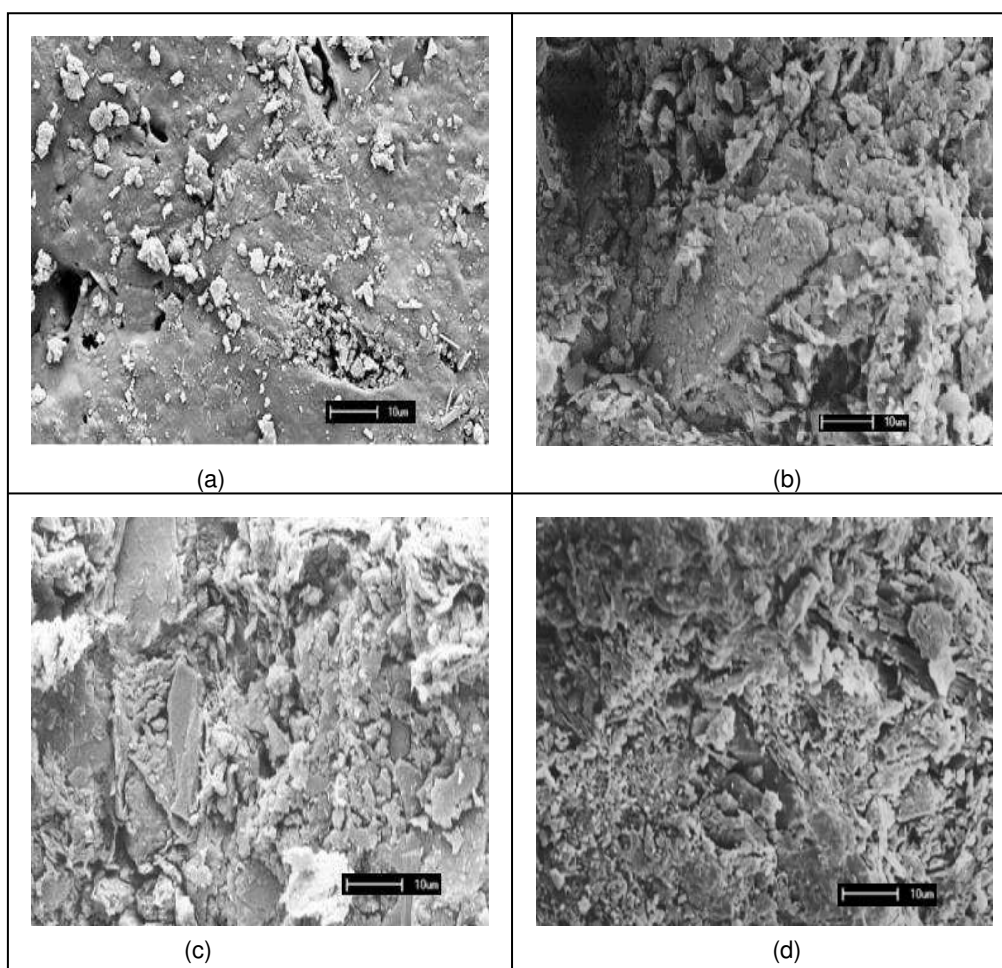


Figura 5.33 - Micrografias das amostras da composição III. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

Verifica-se que a amostra sem indução (Fig. 5.33a), apresenta estrutura bastante densificada, alguma porosidade e grãos que podem ser de quartzo. De acordo com a morfologia das amostras dos corpos cerâmicos submetidos à

indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (Fig. 5.33b, c e d), observa-se estrutura irregular, com existência de poros característicos de formação por expansão de gases, partículas dispersas que podem ser quartzo e impurezas.

5.6.2 Microscopia eletrônica de varredura (blocos cerâmicos)

Realizou-se microscopia eletrônica de varredura (MEV) de corpos cerâmicos extrudados, sinterizados a 1150°C.

A Figura 5.34, apresenta as micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição I, sem indução e após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

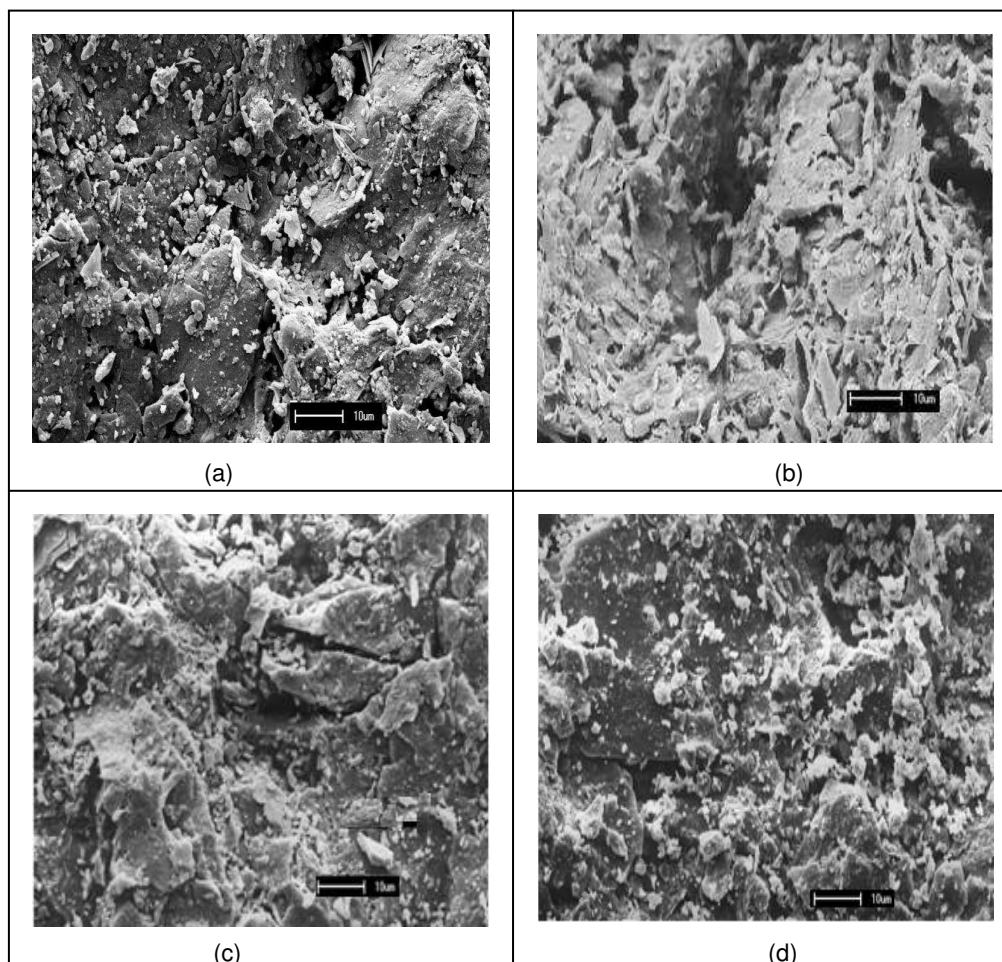


Figura 5.34 - Micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição I. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

A Figura 5.34(a) demonstra que a amostra do corpo cerâmico sem indução, apresenta estrutura bastante densificada, com presença de cristais de mulita, feldspato dissolvido e alguma porosidade; a estrutura morfológica das amostras dos corpos cerâmicos submetidas à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (Fig. 5.32b, c e d) destaca a presença de poros, partículas inclusas na matriz, que podem ser de quartzo que não se dissolveram para reagir com outros constituintes e formar fase vítrea e impurezas.

A Figura 5.35, apresenta as micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição II, sem indução, após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

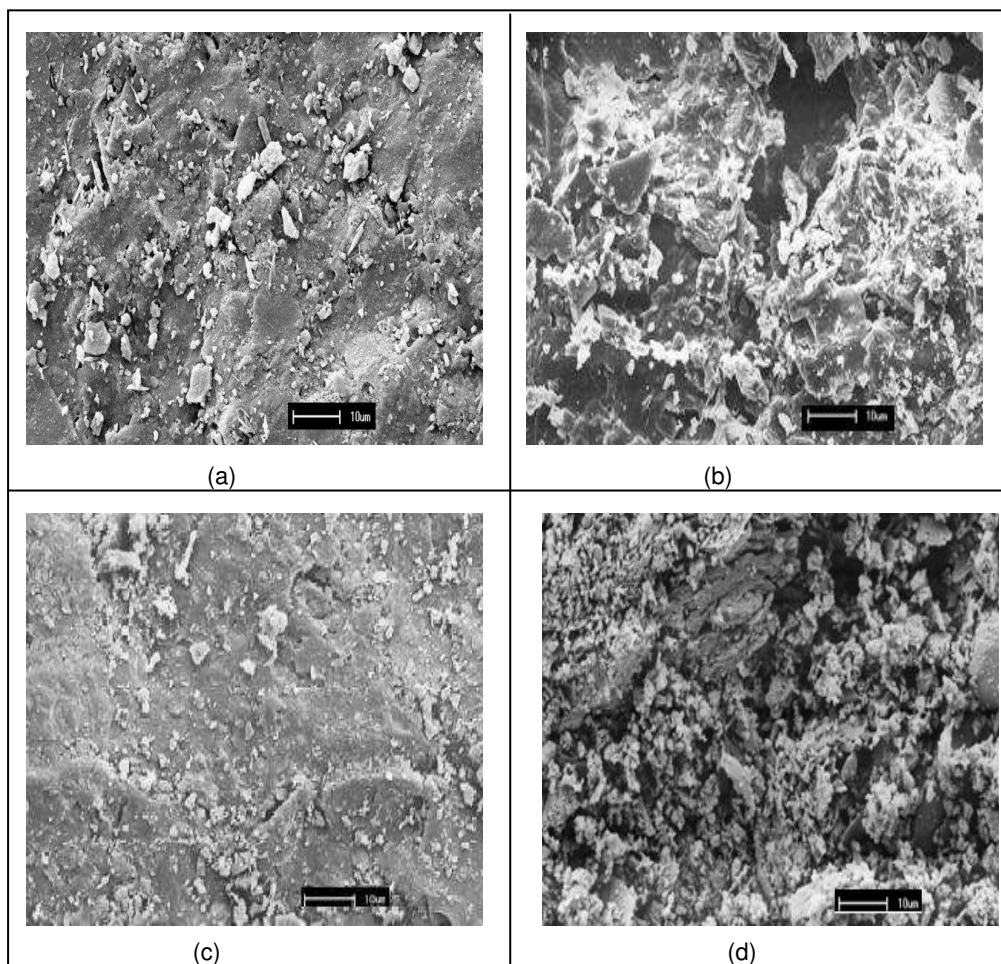


Figura 5.35 - Micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição II. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

De acordo com a Figura 5.35(a), verifica-se que a amostra sem indução apresenta estrutura bem densificada, poros arredondados e partículas dispersas na matriz. As amostras dos corpos cerâmicos submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias, (Fig. 5.35b, c e d) apresentam estrutura morfológica com textura grosseira e heterogênea com presença de poros, cristais hexagonais e aciculados de mulita secundária e presença de impurezas.

A Figura 5.36, apresenta as micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição III, sem indução e, após indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias.

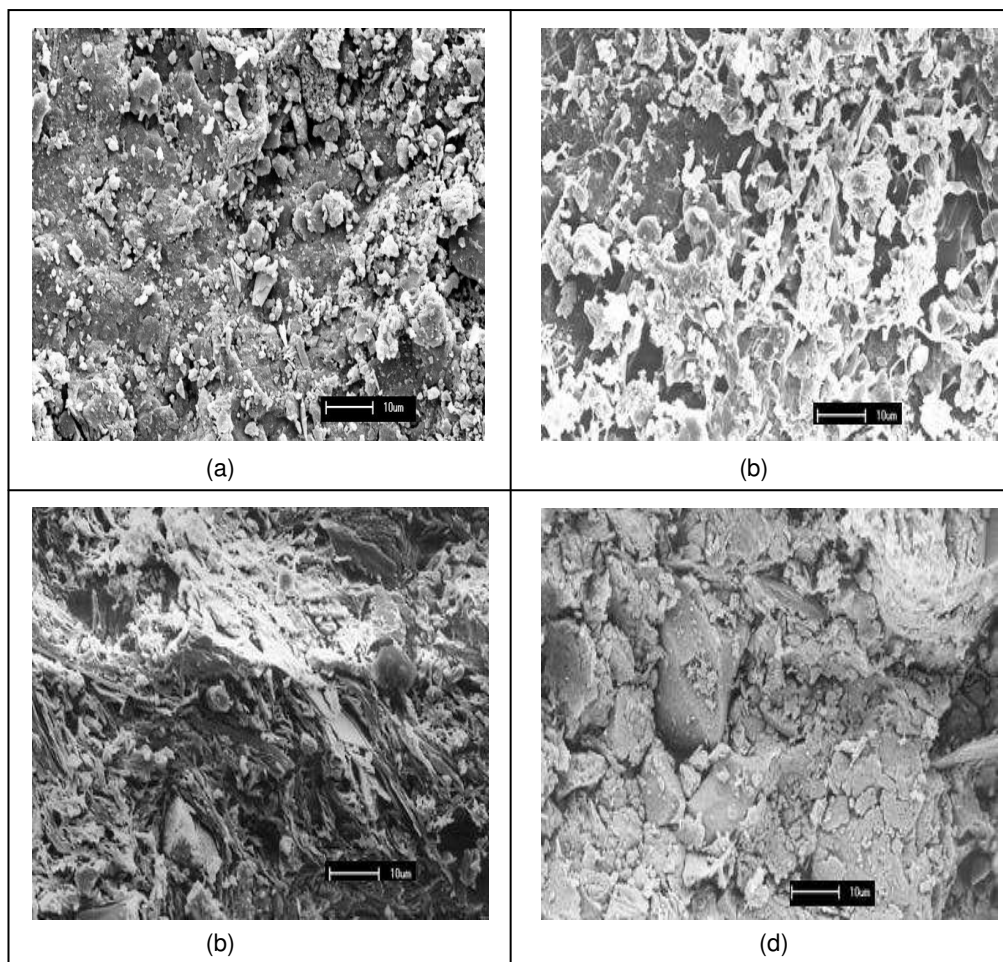


Figura 5.36 - Micrografias das amostras dos corpos cerâmicos da composição III. Em (a), sem indução, em (b), indução por autoclavagem, em (c), indução por fervura e, em (d), indução em imersão por 60 dias.

A Figura 5.36a, apresenta a micrografia da amostra do corpo cerâmico da composição III sem indução. Observa-se estrutura bem densificada ocorrendo grande redução da porosidade, fundamentalmente relacionada à ocorrência de uma maior quantidade de fase vítrea formada. A vitrificação preenche parcialmente os poros entre as partículas mais refratárias, promovendo retração e densificação do corpo cerâmico (Holanda et al,2003). As amostras dos corpos cerâmicos submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias (Fig. 5.36b, c e d), apresentam estrutura com presença de poros, fase vítrea e fase líquida, e partículas que podem ser de quartzo.

6.0 Conclusões

O presente trabalho teve o objetivo de estudar a EPU em blocos e revestimentos cerâmicos, visando o estudo da vida útil de produtos cerâmicos incorporados com resíduos do beneficiamento do caulim e da serragem de granitos como matéria-prima alternativa. Pode-se concluir que:

- As massas apresentaram granulometrias com comportamento bimodal, com larga faixa de distribuição de tamanho de partículas entre 0,1 μ m e 110 μ m, sendo as maiores concentrações entre 90 μ m e 9 μ m, apresentaram as seguintes fases mineralógicas: mica e quartzo.

- A absorção de água e a tensão de ruptura a flexão dos corpos cerâmicos sem indução foram inferiores aos valores obtidos após ensaios de indução a EPU, observando-se os melhores resultados para as composições contendo maior teor de resíduo de granito. Os corpos cerâmicos submetidos à indução por autoclavagem, fervura e imersão por 60 dias, apresentaram os melhores valores de absorção de água e tensão de ruptura a flexão a temperatura de 1150°C para revestimentos e 1000°C para blocos, portanto, peças cerâmicas formuladas podem ser classificadas como porosas e semi-porosas.

- O ensaio de indução por autoclavagem originou os maiores valores de EPU especialmente para corpos cerâmicos submetidos a baixas temperaturas de sinterização.

- Os corpos cerâmicos da composição com maior teor de resíduo de granito apresentou uma tendência a reduzir a EPU, especialmente a temperaturas acima de 1000°C, enquanto aqueles com maiores teores de resíduo de caulim proporcionaram valores de EPU mais elevados, principalmente a temperaturas mais baixas.

- A microestrutura dos corpos cerâmicos após indução a EPU indicam um aumento significativo da quantidade e dimensões de poros, presença de trincas, partículas de quartzo dispersas na matriz e algumas impurezas.

7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para continuidade deste trabalho e visando contribuir para pesquisas futuras que permitam a continuação dos estudos de composições formuladas com massas contendo matérias-primas alternativas, dentre outras, sugerem-se as seguintes pesquisas:

- Estudar a EPU de peças cerâmicas obtidas a partir de formulações contendo resíduos de caulim e granito, porém, com percentuais diferentes dos abordados neste estudo.
- Estudar a expansão por umidade de peças cerâmicas obtidas com outras matérias-primas alternativas.
- Fazer porosimetria de mercúrio das amostras das composições em estudo.

8.0 REFERÊNCIAS

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR 13818, **Placas cerâmicas para revestimento** - Especificação e métodos de ensaios, Rio de Janeiro (1997).

ANDRADE, R. A.; H.C. FERREIRA; G. A. NEVES; R. R. MEDEIROS. Efeito do carbonato de cálcio sobre a EPU e a absorção de água de blocos cerâmicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS, 18, 2008, Recife. **Anais do 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais**, Brasil, 2008.

ANDRADE, R. A. **Efeito da Ação de Carbonatos sobre a Expansão por Umidade associada às propriedades cerâmicas de blocos destinados a construção civil**. 2009. 151f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

ANDRADE, F. L.; VARELA F. M. L.; DUTRA, R. P. S.; NASCIMENTO R. M. MELO, D.M.A.; PASKOCIMAS, C. A. Avaliação da Potencialidade de Uso do Resíduo Proveniente da Indústria de Beneficiamento do Caulim na Produção de Piso Cerâmico. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v.14, n.1, p. 41- 45, 2009.

ANDRADE, R. A.; R. R. MEDEIROS; L. F. A. CAMPOS; H. S. FERREIRA; R. R. MENEZES; G. A. NEVES; H. C. FERREIRA. Influência da expansão por umidade no comportamento mecânico de argilas para uso em blocos de cerâmica vermelha – revisão. **Cerâmica**, São Paulo, v.57, n.323, p.329-337, 2011.

ASTM C370/88(2006) **Standard Test Method for Moisture Expansion of Fired Whiteware Products**.

BAUER, R. J. F.; Rago, F. Expansão por umidade de placas cerâmicas para revestimento. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v.5, n.3, p.41-45, 2000.

BERNETT, F. E. Effects of moisture expansion of installed quarry tile. **Ceramic Bulletin** , v.55, n.12 ,1976,

CAMPOS, L. F. **Estudo da expansão por umidade (EPU) em blocos cerâmicos do Estado da Paraíba**. 2002, 106p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande.

CASTRO, S. F. **Incorporação de resíduos de caulim em solo-cimento para construções civis**. 2008, 112p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

CHEN, C.Y, LAN, G.S, TUAN, W.H., The processing of Kaolin powder compact ,**Ceramics International**, v.27, 2001

Cole, W. F. Moisture expansion of a ceramic body and its internal surface area. **J. Am. Ceramic Society**, Westerville, v.45, n.9, p.428-432, 1962.

CORREIA, S. L., GRUN, E. , DENARDI, C. D.; HOTZA, D. & FOLGUERAS, M. V. Aplicação de Delineamento Experimental e Otimização para Avaliar o Efeito de Argilas na Microestrutura e Propriedades Tecnológicas de Composições Cerâmicas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 19, 2005, São Pedro-SP. **Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica- CBC**, Brasil, 2005.

COSTA, C. G.; MEDEIROS, S. A. de; INGUNZA, M. d. P. D.; SANTOS JUNIOR, O. F. dos; DANTAS, E. R. Valorização do rejeito proveniente do beneficiamento de caulim do município de Equador-RN. In: CONGRESSO DE LA ASOCIACIÓN INTERAMERICANA DE INGENIERÍA SANITARIA Y

Mendonça, A. M. G. D. *Estudo da Expansão por Umidade (EPU) em peças cerâmicas obtidas com massas cerâmicas alternativas contendo resíduos de granito e caulim.*

AMBIENTAL, 30, Punta del Este, Uruguai. Cd do XXX **Congreso de La Asociación Interamericana de Ingeniería Sanitaria y Ambiental**. Punta del Este : AIDIS,2006, v.1. p.1-9.

DIAS, S. L. Incorporação de resíduos de caulim em argamassas de assentamento e revestimento para uso em construção civil: avaliação da atividade pozolânica, 2010, 71f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

GOMES, C. M.; L. V. AMORIM, A. M. SEGADÃES, H. C. FERREIRA, Expansão por Umidade (EPU) em Massas Alternativas para Revestimentos Cerâmicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 14, 2000, São Paulo. **Anais 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais- CBECIMAT**, Brasil, 2000, p.4601-46612.

GRIMM C. T., Moisture Expansion of Clay Products, **J. Am. Ceramic Society**, Westerville, v.82, n.1, 1983.

J.E. YOUNG, W.E.J. BROWNELL, **J. Am. Ceramic Society**, Westerville, v. 42, n.12, p.571-578, 1959.

LEITE, J. Y. P.; SOUSA, L. D. A. de; HARIMA, E.; Rejeito de Caulim de APL de Pegmatito do RN/PB – Uma Fonte Promissora para Cerâmica. **Holos**, Ano 23, Vol. 3, 2007.

LIMA, F. T.; GOMES, J. ; NEVES,G.A.; LIRA H. L. Utilização do resíduo industrial resultante do beneficiamento de caulim para fabricação de revestimentos cerâmicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 45, 2001, Florianópolis. **Anais da Associação Brasileira de Cerâmica**, Florianópolis-SC, 2001, p.1501-1512.

LIRA, C. **Efeito de carbonatos de cálcio Ca, Mg e Li e do ciclo de queima na expansão por umidade de materiais cerâmicos porosos para revestimentos**. 1997. 182f. Dissertação (Mestrado EM Ciências e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis - SC.

LISBOA, D. C.; A. M. G. D. MENDONÇA; R. R. MENEZES; L. N. L. SANTANA; G. A. NEVES e H. C. FERREIRA. Otimização de Massas Cerâmicas contendo resíduos de caulim e granito aplicando o planejamento experimental, CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 51, 2007, Salvador-BA. **Anais do 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica - CBC**, Brasil, 2007.

MARRAS, S. I. ; IHTIARIS, I. A.; HATZITRIFON, N. K.; SIKALIDIS, K.; AIFANTIS, E. C. A Preliminary Study of Stress-Assisted Fluid Penetration in Ceramic Bricks, **J. Eur. Ceramic Society**, v.20, n. 489, 2000.

MEDEIROS, R. R.; R. A. ANDRADE; R. R. MENEZES ; G. A. NEVES; H. C. FERREIRA. Influência do quartzo na EPU e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos cerâmicos. In:CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS, 18, 2008, Recife. **Anais do 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais-CBCIMAT**, Brasil, 2008.

MEDEIROS, R. R. **Influência do teor de quartzo na expansão por umidade e no comportamento mecânico de massas cerâmicas para uso em blocos furados**. 2009. 154f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

MENDONÇA, A. M. G. D. **Uso da técnica de planejamento experimental para otimização de massa cerâmica alternativa para revestimentos**. 2007. 64f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais), Centro de

Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

MENDONÇA, A. M. G. D. ; R. R. MENEZES; D. L. COSTA; G. A. NEVES; L. N. L. SANTANA;H. L. LIRA. Utilização de técnicas matemáticas e estatísticas para otimizar a retração de queima de corpos cerâmicos para revestimento contendo resíduos minerais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS, 18, 2008, Recife. **Anais do 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais-Cbecimat**, Brasil, 2008.

MENEZES, R. R. **Estudo da expansão por umidade e de características cerâmicas correlatas de placas cerâmicas para revestimentos**. 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande.

MENEZES, R. R. et al. Recycling of granite industry waste from the northeast region of Brazil. **Environmental Management and Health**, 13, p.134-142, 2002.

MENEZES, R. R.; A. M. SEGADÃES; H. C. FERREIRA; H. S. FERREIRA. Análise da Expansão por Umidade e absorção de água de pisos cerâmicos comerciais em relação à composição química e à quantidade estimada de fase vítrea. **Cerâmica**, São Paulo, v.49, n.310, p.72-81, 2003.

MENEZES, R. R.; L. F. CAMPOS; H. C. FERREIRA; H. S. FERREIRA. Expansão por umidade: metodologia par sua avaliação e estudo de caso, **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v.10, n.2, p.27-33, 2005.

MENEZES, R. R.; L. F. CAMPOS; G. DE A. NEVES; H. C. FERREIRA. Aspectos fundamentais da expansão por umidade: uma revisão. Parte I: Aspectos históricos, causas e correlações, **Cerâmica**, São Paulo, v.52, n.321, p.1-14, 2006(a).

Mendonça, A. M. G. D. *Estudo da Expansão por Umidade (EPU) em peças cerâmicas obtidas com massas cerâmicas alternativas contendo resíduos de granito e caulim.*

MENEZES, R. R.; L. F. CAMPOS; G. DE A. NEVES; H. C. FERREIRA. Aspectos fundamentais da expansão por umidade: revisão parte II: cinética de expansão e sua determinação, **Cerâmica**, São Paulo, v. 52, n.32, p.114-124, (2006b).

MENEZES, R. R.; ALMEIDA, R. R. De; SANTANA, L.N.L; FERREIRA, H. S. ; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Utilização do resíduo do beneficiamento do caulim na produção de blocos e telhas cerâmicos. **Matéria**, Rio de Janeiro, v.12, n.1, p226-236 , 2007.

MENEZES, R. R. ; ALMEIDA R. R. de; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A. ; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C. Análise da co-utilização do resíduo do beneficiamento do caulim e serragem de granito para produção de blocos e telhas cerâmicos. **Cerâmica**, São Paulo, v.53, n. 326, p. 192-199, 2007.

MILNE, A. A. **Trans. Brit. Ceram. Soc.**, London, v.57, n.148, 1958.

MONTEIRO, A.C.S., SABIONI, da COSTA, G.M., Preparação da mulita a partir do mineral topázio, **Cerâmica**, São Paulo, v. 50, n.316, p.318-323, 2004.

MOREIRA, J. M. S.; FREIRE, M. N. e HOLANDA, J. N. F. Utilização de Resíduo de Serragem de Granito Proveniente do Estado do Espírito Santo em Cerâmica Vermelha, **Cerâmica**, São Paulo, v.49, n.312, p.262-267, 2003.

OLIVEIRA, G. E. ; HOLANDA, J. N. F. Reaproveitamento de Resíduo Sólido Proveniente do Setor Siderúrgico em Cerâmica Vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v.50, n.314, p.75-80, 2007.

PEREIRA, F. R., **Valorização de resíduos industriais como fonte alternativa mineral: composições cerâmicas e cimentíceas**. 2006. 256f. Tese (Doutorado em Engenharia Cerâmica e do Vidro), Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Universidade de Aveiro - SC.

RAMALHO, M. A. F.; ALMEIDA, R. R.; NEVES G. A. e SANTANA. L. N. L. Caracterização de resíduos de Caulim e Granito para uso em massas cerâmicas - Parte I, CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 49, 2005, São Pedro-SP. **Anais do 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Brasil, 2005.

RODRIGUES, H. **Estudo da composição de argilas naturais com diferentes teores de cálcio para utilização em revestimentos cerâmicos e seus efeitos na expansão por umidade**. 2002. 86f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-PB.

SANTANA, L. N. L.; SILVA, G. M. G; NEVES, G. A.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H.C.; ALMEIDA, R. R., Uso de resíduo de granito em composições de massas para fabricação de revestimento cerâmico. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 50, 2006, Blumenau - SC. **Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica – CBC, Brasil**, 2006.

SANTANA, L. N. L.; A. M. G. D. MENDONÇA; R. R. MENEZES; H. G. MALZAC;G. A. NEVES; H. C. FERREIRA .Uso da técnica de planejamento experimental para otimização de massa cerâmica alternativa para revestimentos. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 52, 2008. Florianópolis - SC. **Anais do 52º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Brasil, 2008.

SANTOS, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas** - Vol. 2, 2ª Edição, Edgar Blucher, São Paulo, 1992.

SEGADÃES, A. M., CARVALHO, M. A. E FERREIRA, H. C. Moisture expansion interpreted in terms of phase equilibrium diagrams, **Ceramic Int.**, v.29, n.8, p. 947-952, 2003.

- SILVA, S. A. **Caracterização do Resíduo da Serragem de Blocos de Granito**. 1998. 96f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) Departamento de Engenharia Ambiental. Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES
- SILVA, B. J. **Incorporação de Resíduo de Granito em Massa Cerâmica para Revestimento**. 2007. 74f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-Pb.
- SILVA, F. A. N. G. da. **Estudos de Caracterização Tecnológica e Beneficiamento do Caulim da Região Borborema-Seridó (RN)**. 2007. 70p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) COPPE/UFRJ, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro
- SLYH, J. A. Twenty-Year Moisture Expansion of Quarry Tile, **J. Am. Ceram. Soc. Bull**, v.63, n.12, p.1495, 1984.
- SMITH, A. N. Investigations on the moisture expansion of porous ceramics bodies. **Trans. Brit. Ceramic Society**, London, v. 54, n. 5, p. 300-311.1955.
- VAUGHAN, F.; DINSDALE, A. **Trans. Brit. Ceramic Society**, London, v.61, n.1, 1962.
- VERÇOSA, E. J. **Materiais de construção** – PUC – RS – Edit. LTC, Rio de Janeiro, 2001.
- VIEIRA, C. M. F.; SOARES, T; MONTEIRO, S.N. Massas cerâmicas para telhas: características e comportamento de queima, **Cerâmica**, São Paulo, v.49, n.312, p.245-250, 2003.

VIEIRA, C. M. F.; SOARES, T. M.; SÁNCHEZ, R.; MONTEIRO, S.N. Incorporation of granite waste in red ceramics. **Materials Science & Engineering**, v.373, p.115-121, 2004.

XAVIER, G. C.; SABOYA, F.; MAIA, P. C. A.; ALEXANDRE, J. Análise de processos de degradação acelerada em laboratório para estudo da durabilidade de peças cerâmicas vermelhas incorporadas com resíduos de granito. **Cerâmica**, São Paulo, v.55, n.33, p.1-10, 2009.